Boden Humus Pflanze Wasser	**Handbuch Forstliche Analytik**	BZE Level I+II Länder

Eine Loseblatt-Sammlung der Analysemethoden im Forstbereich

Herausgegeben vom Gutachterausschuss Forstliche Analytik

Grundwerk, Juni 2005, mit Ergänzungen 1 und 2, Juli 2006
(Ergänzungen und Korrekturen werden nur über die Internet-Seite des BMELV (www.bmelv.de) bekannt gemacht und können von dort heruntergeladen werden!)

Fachliche Bearbeitung: Nils König, Niedersächsische Forstliche Versuchsanstalt, Göttingen
Technische Bearbeitung: Helmut Bartens, Göttingen

Mitglieder des Gutachterausschusses Forstliche Analytik:
Vorsitz:
Nils König, Niedersächsische Forstliche Versuchsanstalt, Göttingen
Stellvertreter:
Dr. Uwe Blum, Bayerische Landesanstalt für Wald und Forstwirtschaft, Freising
Frank Symossek, Landesforstpräsidium Sachsen, Dresden
Mitglieder:
Günther Bartonek, Fachgebiet für Waldernährung und Wasserhaushalt der TU München, Freising
Dr. Bernd Bussian, Umweltbundesamt, Dessau
Dr. Rolf Ellinghaus, Landesbetrieb Hessisches Landeslabor, Kassel
Dr. Matthias Hauenstein, Landesamt für Geologie und Bergbau Rheinland-Pfalz, Mainz
Günter. Kiesling, Thüringer Landesanstalt für Landwirtschaft, Jena
Uwe Klingenberg, LUFA, Rostock
Dr. Thomas Klinger, Institut für Bodenkunde und Standortslehre der TU Dresden, Tharandt
Dr. Norbert Lamersdorf, Institut für Bodenkunde und Waldernährung der Universität Göttingen, Göttingen
Dr. Burkhard Lüer, Geologischer Dienst NRW, Krefeld
Dr. Thorsten Nack, Landeslabor Schleswig-Holstein, Neumünster
Dr. Lothar Reichelt, Fachhochschule Eberswalde, Eberswalde
Dr. Claus Schimming, Ökologie-Zentrum der Universität Kiel, Kiel
Manfred Stahn, Landesamt für Umwelt- und Arbeitsschutz, Saarbrücken
Gabriele Trefz-Malcher, Forstliche Versuchs- und Forschungsanstalt Baden-Württemberg, Freiburg
Dr. Jens Utermann, Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe, Hannover
Klaus Wies, LUFA, Speyer

Zum Geleit

Im forstlichen Umweltmonitoring wie auch in vielen Bereichen der Waldökosystemforschung sind laboranalytische Methoden und Verfahren erforderlich, um den Zustand einzelner Kompartimente (Boden, Wasser, Luft, Pflanze) zu erfassen und die komplexen Zusammenhänge und Stoffflüsse in den Waldökosystemen aufzuspüren. Im Laufe der letzten Jahre und Jahrzehnte wurden dazu die unterschiedlichsten Methoden und Verfahren entwickelt und angewandt, z. T. mit labor- oder landesspezifischen Modifikationen.

Im gleichen Maße, wie sich die Messverfahren entwickelt haben und immer feiner messende Apparaturen zur Verfügung stehen, wurde jedoch auch deutlich, dass einerseits die mit verschiedenen Verfahren und Methoden erzielten Messwerte in vielen Fällen kaum noch vergleichbar sind. Gerade für überregionale Auswertungen und Vergleiche, z. B. auf Bundes- oder EU-Ebene ist die Vergleichbarkeit der Messwerte jedoch unerlässlich.
Unerlässlich ist jedoch auch eine umfassende, möglichst konkrete Beschreibung der Methoden, mit denen diese Messwerte erzielt wurden. Bislang wurden die angewandten Verfahren und Methoden nicht EDV-kompatibel dokumentiert und sind daher – anders als die Messergebnisse – in den meisten Datenbanken nicht abrufbar bzw. mit den Messergebnissen verknüpft. Bei überregionalen Auswertungen und Vergleichen musste daher ein erheblicher Recherchenaufwand betrieben werden, um diese Methodeninformation zu gewinnen.

Das nun vorliegende „Handbuch Forstliche Analytik“ ist ein wesentlicher Schritt, um die Vergleichbarkeit der Messwerte sowie ihre Methodendokumentation sicherzustellen. Es ist das Ergebnis der mehrjährigen intensiven Arbeit des Gutachterausschusses „Forstliche Analytik“ beim Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft. In diesem Ausschuss sind die forstlichen Forschungs- und Versuchsanstalten des Bundes und der Länder bzw. die Laborleiter der bei Bund und Ländern für die Analytik im forstlichen Umweltmonitoring zuständigen Dienststellen sowie die bodenkundlichen Lehrstühle der forstlichen Fakultäten der Universitäten vertreten.

Die Erarbeitung des Handbuches war für den Gutachterausschuss eine Schwerpunktaufgabe der letzten Jahre. In mehrjähriger intensiver engagierter Arbeit wurden die in Deutschland üblichen forstlichen Analysemethoden erfasst, überprüft, weiterentwickelt bzw. harmonisiert und dokumentiert. Hierzu erfolgten umfangreiche Methodenentwicklungen, Erprobungen und länderübergreifende Abstimmungen der verschiedensten Verfahren sowie die Entwicklung eines Methodencodes, der es ermöglicht, mit einer Kombination weniger Ziffern komplexe Laborverfahren umfassend und EDV-kompatibel zu beschreiben.

Mit dem Handbuch wurden wesentliche Voraussetzungen für die Durchführung der anstehenden Bodenzustandserhebung im Wald (BZE II) geschaffen. Darüber hinaus hat es jedoch auch grundsätzliche Bedeutung für die forstliche Analytik in Deutschland sowie für die Beiträge Deutschlands zu europaweiten Erfassungen und

insbesondere auch für die EU-weite Bodenzustandserhebung im Rahmen des EU-Programms „Bio-Soil“.

Das Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft dankt allen Mitgliedern des Gutachterausschusses für die hervorragende Zusammenarbeit, die geleistete Arbeit insgesamt und die Mitwirkung an der Erarbeitung des Handbuchs. Damit wurde eine wesentliche Voraussetzung für das Gelingen der BZE II aber gleichzeitig auch zur Verbesserung der Analysequalität des gesamten forstlichen Umweltmonitorings geschaffen.
Mein besonderer Dank gilt Herrn Nils König, dem Vorsitzenden des Gutachterausschusses „Forstliche Analytik“, ohne dessen Federführung und unermüdliches Engagement dieses Handbuch nicht zustande gekommen wäre.

Bonn, im Juni 2005

Dorothea Steinhauser

für das Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft, Referat für Waldbau, Waldschutz, neuartige Waldschäden, Waldinventuren

Vorwort

zum Grundwerk 2005:

Der Gutachterausschuss „Forstliche Analytik" beim Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft (BMVEL) und vorher die AG Bodenanalyse und die AG Forstliche Analytik haben es sich zur Aufgabe gemacht, auf eine Vereinheitlichung der im Forstbereich angewandten Analysenmethoden hin zu wirken, um die Vergleichbarkeit und die Qualität von Analyseergebnissen zu verbessern. Dies ist sowohl für das bundesweite forstliche Umweltmonitoring als auch für bundes- oder europaweite Erhebungen wie die Bodenzustandserhebung (BZE) oder das EU-Level-I/II-Programm von großer Bedeutung. Aufgrund des Erfordernisses bundesweit harmonisierter Verfahren und Analysemethoden bei der BZE II hat das Bundesministerium für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft die Erstellung dieses Handbuch finanziell unterstützt.

Nach einer mehrjährigen Phase von Methodenentwicklungen, Tests und diversen, sich daran anschließenden Ringanalysen liegt nun mit diesem Handbuch Forstliche Analytik (HFA) eine erste Zusammenfassung aller im Forstbereich auf Bundes- und EU-Ebene zu verwendenden Analysemethoden vor.

Es wurden alle Methoden aufgenommen, die bei der 1. bundesweiten Bodenzustandserhebung [BZE (1)] und bei der geplanten 2. Erhebung [BZE (2)] zugelassen waren bzw. sind. Dazu kommen alle Methoden, die bei der 1. Europäischen Bodenzustandserhebung [Level I (1)] und bei der in 2006 im Rahmen des BioSoil-Programms geplanten 2. Erhebung (Level I (2)] zugelassen waren bzw. sind und auch beim europäischen Level-II-Programm, dem forstlichen Umweltmonitoring auf europäischer Ebene, Anwendung finden. Bei all diesen Methoden handelt es sich um in den jeweiligen Programmen verbindlich festgeschriebene Methoden.

Darüber hinaus wurden zahlreiche, nur in einzelnen Bundesländern verwendete Analysemethoden aufgenommen, die dort als Routineverfahren etabliert sind. Für diese Verfahrensbeschreibungen liegt die Verantwortung allein bei den jeweiligen mit forstlicher Analytik beauftragten Einrichtungen der Bundesländer. Sie sind im Inhaltsverzeichnis mit einem (L) markiert.

Alle Methodenbeschreibungen sind ähnlich wie VDLUFA-Methoden einheitlich aufgebaut und sollen als praktische Laboranleitung verwendet werden können. Deshalb wurden auch zahlreiche Hinweise und Anmerkungen aufgenommen, die die praktische Laborarbeit erleichtern können. Dort, wo eine DIN-, EN- oder ISO-Norm Grundlage des jeweiligen Verfahrens ist, wird dies durch den Hinweis „in Anlehnung an DIN EN ISO Nr.“ kenntlich gemacht. Sollte die entsprechende Norm bereits im Handbuch der Bodenuntersuchung (HBU) veröffentlicht sein, so wird auch darauf verwiesen. Bei Abweichungen von der Norm oder bei Einschränkungen wird der Hinweis „in Anlehnung an HBU Nr.“ gegeben.

Die aufgenommenen Elementbestimmungsmethoden werden nicht detailliert beschrieben, sondern sind lediglich in tabellarischer Form aufgelistet. Es wird jeweils nur auf die entsprechende Norm oder Verfahrensbeschreibung mit Literaturangabe hingewiesen und zusätzlich unter der Rubrik „Bemerkungen“ eine Verfahrenskurzbeschreibung und praktische Hinweise gegeben.

Um eine für langfristig angelegte Messprogramme besonders wichtige Methoden-Dokumentation zu ermöglichen, hat der Gutachterausschuss einen Methoden-Code

entwickelt, der es erlaubt, durch Angabe einer 25-stelligen Zahl alle Arbeitsschritte von der Probenvorbereitung über die Untersuchungsmethode bis zur Elementbestimmungsmethode des jeweiligen Parameters zu codieren. Wir hoffen, dass dieses Codierungsverfahren eine breite Anwendung findet und der Code als Zusatz zu jedem Analyseergebnis eines Parameters in Datenbanken aller mittel- und langfristigen Untersuchungsprogramme gespeichert wird. Auch bei Veröffentlichungen können mit diesem Code und dem Verweis auf das HFA in sehr kurzer Form alle bei der jeweiligen Untersuchung angewandten Analyseverfahren dokumentiert werden.
Das HFA soll in regelmäßigen Abständen vom Gutachterausschuss durch weitere Methoden ergänzt und Korrekturen und Ergänzungen an den bereits veröffentlichten Methoden vorgenommen werden.
Das gesamte Handbuch ist auf der Internet-Seite des BMELV (www.bmelv.de, Untermenü Forstwirtschaft, Untermenü Bodenzustandserhebung) veröffentlicht und kann dort als pdf-Datei heruntergeladen werden. Alle Ergänzungen und Korrekturen werden nur auf dieser Internet-Seite bekannt gemacht und können dort ebenfalls heruntergeladen werden.
Anträge auf Aufnahme von neuen Methoden können beim Gutachterausschuss über die/den jeweilige/n Vorsitzende/n gestellt werden. Dazu müssen die Methoden in der gleichen, in Abschnitte unterteilten Form, wie sie für alle Methoden des HFA verwendet wurden, eingereicht werden. Der Gutachterausschuss entscheidet dann in Rücksprache mit dem Antragsteller über gegebenenfalls nötige textliche Änderungen und die endgültige Aufnahme der Methode in das HFA.

Zum Schluss sei allen Personen, die an der Entstehung und Fertigstellung dieses Handbuches mitgewirkt haben, herzlich für ihre Arbeit gedankt. Besonders hervorzuheben ist dabei Herr Dr. Ulrich Bartels, der als stellvertretender Vorsitzender der AG forstliche Analytik mit seinen ersten Entwürfen die Grundlage für dieses Werk geschaffen hat.

Göttingen, im Juni 2005

Nils König
für den Gutachterausschuss Forstliche Analytik

Boden Humus Pflanze Wasser	Gesamt-Inhaltsverzeichnis	BZE Level I+II Länder

Teil A: Boden- und Humusuntersuchungen

1. Probenvorbereitung und Lagerung
1.1 Lagerung von Proben vor und nach der Probenvorbereitung
1.1.1 Lagerung von Boden- und Humusproben vor der Probenvorbereitung
1.1.2 Lagerung von Boden- und Humusproben nach der Probenvorbereitung
1.2 Trocknung
1.2.1 Trocknung von Boden- und Humusproben (BZE)
1.2.2 Trocknung von Boden- und Humusproben (EU)
1.2.3 Lufttrocknung von Boden- und Humusproben [L]
1.3 Siebung
1.3.1 Siebung von Boden- und Humusproben
1.3.2 Siebung von Boden- und Humusproben (BZE/EU 2)
1.4 Mahlen
1.4.1 Mahlen von Boden- und Humusproben

2. Bestimmung bodenphysikalischer Parameter
2.1 Wassergehalt
2.2 Trockenraumdichte (TRD BZE 1)
2.3 Feinbodenmenge und Feinbodenanteil (BZE 1)
2.4 Humusvorrat (BZE 1)
2.5 Korngrößenzusammensetzung in Mineralböden
2.6 Auflagehumusvorrat und Vorrat des org. Rückstands > 2 cm
2.7 Trockenrohdichte des Mineralbodens (TRD_{ges})
2.8 Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) und Feinbodenvorrat (FBV)
2.9 *Korngrößenzusammensetzung in Mineralböden mittels Laserbeugungsverfahren*
2.10 *Korngrößenzusammensetzung in Mineralböden mittels Röntgenabsorptionsverfahren*

3. chemische Untersuchungsmethoden
3.1 Bodenazidität
3.1.1 pH-Wert im Humus/Boden
3.1.1.1 pH-Wert in H_2O (pH BZE/EU 1)
3.1.1.2 pH-Wert in H_2O (pH BZE/EU 2)
3.1.1.3 pH-Wert in 1 M KCl (pH BZE 1)
3.1.1.4 pH-Wert in 1 M KCl (pH BZE 2)
3.1.1.5 pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH Niedersachsen) [L]
3.1.1.6 pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH EU 1)
3.1.1.7 pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH BZE/EU 2)
3.2 Extraktionsverfahren
3.2.1 Kationenaustauschkapazitätsbestimmungen

3.2.1.1 effektive Kationenaustauschkapazität (AK_e)
3.2.1.2 potentielle (totale) Kationenaustauschkapazität (AK_t)
3.2.1.3 effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e EU 1)
3.2.1.4 effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e EU 2)
3.2.1.5 Basensättigungsbestimmung nach Kappen-Adrian [L]
3.2.1.6 effektive Kationenaustauschkapazität nach Bach (AK_e Schl.-Holstein) [L]
3.2.1.7 effektive Kationenaustauschkapazität (AK_e Bayern) [L]
3.2.1.8 effektive Kationenaustauschkapazität (AK_e Brandenburg / Mecklenburg-Vorpommern) [L]
3.2.1.9 effektive Kationenaustauschkapazität von Humusproben (AK_e Humus)
3.2.1.10 effektive Kationenaustauschkapazität des Bodenskeletts
3.2.2 wässrige Extrakte
3.2.2.1 wässriger 1:2-Extrakt
3.2.2.2 Gleichgewichtsbodenlösung (GBL)
3.2.2.3 Gleichgewichtsbodenporenlösung nach Hildebrand (GBPL)
3.2.3 Salzextrakte
3.2.3.1 Oxalat-Extrakt zur Bestimmung des oxidischen Fe und Al
3.2.3.2 Ammoniumnitrat-Extrakt zur Bestimmung extrahierbarer Schwermetalle [L]
3.2.3.3 Ammoniumlaktat-Essigsäure-Extrakt zur Orthophosphat-Bestimmung [L]
3.2.3.4 Citronensäure-Extrakt zur Phosphat-Bestimmung [L]
3.2.3.5 Kaliumchlorid-Extrakt zur Bestimmung der Gesamtazidität und freien H-Azidität [L]
3.3 Aufschlussverfahren
3.3.1 Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF
3.3.2 Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF mit Mikrowelle
3.3.3 Königswasser-Extrakt
3.3.4 HNO_3-Extrakt unter Druck [L]
3.3.5 Gesamtaufschluss mit HNO_3/$HClO_4$/HF mit Mikrowelle [L]

B. Pflanzenuntersuchungen

1. Probenvorbereitung und Lagerung
1.1 Lagerung von Proben vor und nach der Probenvorbereitung
1.1.1 Lagerung von Pflanzenproben vor der Probenvorbereitung
1.1.2 Lagerung von Pflanzenproben nach der Probenvorbereitung
1.2 Trocknung
1.2.1 Trocknung von Pflanzenproben (BZE)
1.2.2 Trocknung von Pflanzenproben (EU)
1.3 Mahlen
1.3.1 Mahlen von Pflanzenproben

2. Bestimmung physikalischer Parameter
2.1 Wassergehalt
2.2 1000-Nadelgewicht
2.3 100-Blattgewicht

3. chemische Untersuchungsmethoden

3.1 Extraktionsverfahren
3.2 Aufschlussverfahren
3.2.1 Druckaufschluss mit HNO_3
3.2.2 Verbrennungsaufschluss nach Schöniger
3.2.3 Gesamtaufschluss mit HNO_3 und HF mit Mikrowelle [L]

C. Wasseruntersuchungen

1. Probenvorbereitung und Lagerung
1.1 Lagerung
1.1.1 Lagerung vor der Probenvorbereitung
1.1.2 Lagerung nach der Probenvorbereitung
1.2 Filtration und Probenvorbereitung
1.2.1 Filtration mit Papierfilter [L]
1.2.2 Filtration mit Membranfilter
1.2.3 Filtration mit Gazefilter [L]

2 chemische Untersuchungsmethoden
2.1 Alkalinität
2.1.1 Titration mit Endpunkt pH 4,3 [L]
2.1.2 Titration mit 2 Endpunkten
2.1.3 Gran-Titration
2.2 Ionenspeziierungen
2.2.1 Al-Speziierung nach Dietze [L]

D. Elementbestimmungsverfahren

1. Aluminium
1.1. Aluminium, Gesamtgehalt
3. Arsen
3.1. Arsen, Gesamtgehalt
4. Barium
4.1. Barium, Gesamtgehalt
6. Blei
6.1. Blei, Gesamtgehalt
7. Bor
7.1. Bor, Gesamtgehalt
9. Cadmium
9.1. Cadmium, Gesamtgehalt
11. Calcium
11.1. Calcium, Gesamtgehalt
13. Chlor
13.1. Chlor, Gesamtgehalt
13.2. Chlorid
14. Chrom
14.1. Chrom, Gesamtgehalt

15.	**Cobalt**
15.1.	Cobalt, Gesamtgehalt
17.	**Eisen**
17.1.	Eisen, Gesamtgehalt
20.2.	Fluorid
30.	**Kalium**
30.1.	Kalium, Gesamtgehalt
31.	**Kohlenstoff**
31.1.	Kohlenstoff, Gesamtgehalt
31.2.	organischer Kohlenstoff / DOC
31.3.	Carbonat
32.	**Kupfer**
32.1.	Kupfer, Gesamtgehalt
36.	**Magnesium**
36.1.	Magnesium, Gesamtgehalt
37.	**Mangan**
37.1.	Mangan, Gesamtgehalt
38.	**Molybdän**
38.1.	Molybdän, Gesamtgehalt
39.	**Natrium**
39.1.	Natrium, Gesamtgehalt
42.	**Nickel**
42.1.	Nickel, Gesamtgehalt
44.	**Phosphor**
44.1.	Phosphor, Gesamtgehalt
44.2.	Phosphat
47.	**Quecksilber**
47.1.	Quecksilber, Gesamtgehalt
54.	**Schwefel**
54.1.	Schwefel, Gesamtgehalt
54.2.	Sulfat
57.	**Silizium**
57.1.	Silizium, Gesamtgehalt
57.2	Silikat
58.	**Stickstoff**
58.1.	Stickstoff, Gesamtgehalt
58.2.	organischer Stickstoff
58.3.	Ammonium
58.4	Nitrat
59.	**Strontium**
59.1.	Strontium, Gesamtgehalt
64.	**Titan**
64.1.	Titan, Gesamtgehalt
73.	**Zink**
73.1.	Zink, Gesamtgehalt
75.	**Zirkonium**
75.1.	Zirkonium, Gesamtgehalt
76.	**Wasserstoff**

76.1. pH-Wert
77. Leitfähigkeit
77.1. Leitfähigkeit

E. Methoden-Codierung

1. Codierung der Probenvorbereitungsmethoden
2. Codierung der Untersuchungsmethoden
3. Codierung der Elementbestimmungsverfahren
3.1 Codierung für das Messverfahren AAS-Flamme
3.1.1 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren AAS-Flamme
3.2 Codierung für das Messverfahren AAS-Graphitrohr
3.2.1 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren AAS-Graphitrohr
3.3 Codierung für das Messverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf
3.3.1 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf
3.4 Codierung für das Messverfahren ICP-AES
3.4.1 Element-spezifische Codierung der Interelementkorrekturen für das Messverfahren ICP-AES
3.4.2 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren ICP-AES
3.5 Codierung für das Messverfahren ICP-MS
3.5.1 Element-spezifische Codierung der Interelementkorrekturen für das Messverfahren ICP-MS
3.5.2 Element-spezifische Codierung der Massenzahlen für das Messverfahren ICP-MS
3.6 Codierung für das Messverfahren RFA
3.7 Codierung für das Messverfahren IC
3.8 Codierung für das Messverfahren Elementaranalyse
3.8.1 Element-spezifische Codierung der Massen für das Messverfahren Elementaranalyse
3.9 Codierung für das Messverfahren Spektrophotometrie
3.9.1 Element-spezifische Codierung der Nachweisreaktionen für das Messverfahren Spektrophotometrie
3.10 Codierung für das Messverfahren Acidimetrie/Alkalimetrie
3.11 Codierung für das Messverfahren pH-Messung
3.12 Codierung für das Messverfahren elektrische Leitfähigkeit
3.13 Codierung für das Messverfahren AES-Flamme
3.13.1 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren AES-Flamme
3.14 Codierung für das Messverfahren Gas-Volumetrie
3.15 Codierung für das Messverfahren HPLC
3.16 Codierung für das Messverfahren TLC
3.17 Codierung für das Messverfahren GC
3.18 Codierung für das Messverfahren Coulometrie
3.19 Codierung für das Messverfahren Gravimetrie
3.20 Codierung für das Messverfahren Atomfluoreszenzspektrometrie

3.21 Codierung für das Messverfahren Radiometrie
3.22 Codierung für das Messverfahren ionenselektive Direktpotentiometrie
3.23 Codierung für das Messverfahren Voltametrie
3.24 Codierung für das Messverfahren Invers-Voltametrie
3.25 Codierung für das Messverfahren Physikalische Techniken
3.26 Codierung für das Messverfahren Summenparameter

F. Übersicht über die verpflichtenden und die optionalen Parameter der BZE-, Level I- und Level II-Erhebungen

1. BZE
1.1 BZE (1)
1.2 BZE (2)
2. Level I+II
2.1 Level I+II (1)
2.2 Level I+II (2), BioSoil

Hinweis: *Kursiv* gesetzte Kapitel werden zu einem späteren Zeitpunkt in das Handbuch aufgenommen.

Verwendete Abkürzungen:

1. Matrix:
Boden = Mineralboden
Humus = Humusauflagen und Torf
Pflanze = Blätter, Nadeln, Äste, Wurzeln, Holz
Wasser = Wasserproben, Niederschläge, Kronentraufen, Bodenlösungen

2. Zulassung der Methode:
BZE = zugelassen bei deutschen BZE-Erhebungen (Bodenzustandserhebung)
Level I+II = zugelassen bei Level I+II-Untersuchungen auf EU-Ebene oder ICP Forest-Ebene
Länder = zugelassen in mind. einem Bundesland (in Klammern: Länderkürzel, s.u.)
BZE (1) = zugelassen nur bei der 1. BZE-Erhebung
BZE (2) = zugelassen nur bei der 2. BZE-Erhebung
Level I+II (1) = zugelassen nur bei der 1. Level I+II-Erhebung auf EU-Ebene oder ICP Forest-Ebene
Level I+II (2) = zugelassen nur bei der 2. Level I+II-Erhebung auf EU-Ebene oder ICP Forest-Ebene
BioSoil = europäische Level I Testerhebung; angewandt werden die Methoden mit der Kennzeichnung Level I+II (2)
Länder [L] = zugelassen nur in einem oder mehreren Bundesländern (Länder siehe Länderkürzel)
[L] = Hinweis auf Ländermethode im Inhaltsverzeichnis

3. Länderkürzel:
BB = Brandenburg
BE = Berlin
BW = Baden-Württemberg
BY = Bayern
HB = Bremen
HE = Hessen
HH = Hamburg
MV = Mecklenburg-Vorpommern
NI = Niedersachsen
NW = Nordrhein-Westfalen
RP = Rheinland-Pfalz
SH = Schleswig-Holstein
SL = Saarland
SN = Sachsen
ST = Sachsen-Anhalt
TH = Thüringen

Boden Humus	Inhaltsverzeichnis Teil A	BZE Level I+II Länder

Teil A: Boden- und Humusuntersuchungen

4. Probenvorbereitung und Lagerung
4.1 Lagerung von Proben vor und nach der Probenvorbereitung
4.1.1 Lagerung von Boden- und Humusproben vor der Probenvorbereitung
4.1.2 Lagerung von Boden- und Humusproben nach der Probenvorbereitung
4.2 Trocknung
4.2.1 Trocknung von Boden- und Humusproben (BZE)
4.2.2 Trocknung von Boden- und Humusproben (EU)
4.2.3 Lufttrocknung von Boden- und Humusproben [L]
4.3 Siebung
4.3.1 Siebung von Boden- und Humusproben
4.3.2 Siebung von Boden- und Humusproben (BZE/EU 2)
4.4 Mahlen
4.4.1 Mahlen von Boden- und Humusproben

5. Bestimmung bodenphysikalischer Parameter
5.1 Wassergehalt
5.2 Trockenraumdichte (TRD BZE 1)
5.3 Feinbodenmenge und Feinbodenanteil (BZE 1)
5.4 Humusvorrat (BZE 1)
5.5 Korngrößenzusammensetzung in Mineralböden
5.6 Auflagehumusvorrat und Vorrat des org. Rückstands > 2 cm
5.7 Trockenrohdichte des Mineralbodens (TRD_{ges})
5.8 Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) und Feinbodenvorrat (FBV)
5.9 Korngrößenzusammensetzung in Mineralböden mittels Laserbeugungsverfahren
5.10 Korngrößenzusammensetzung in Mineralböden mittels Röntgenabsorptionsverfahren

6. chemische Untersuchungsmethoden
6.1 Bodenazidität
6.1.1 pH-Wert im Humus/Boden
6.1.1.1 pH-Wert in H_2O (pH BZE/EU 1)
6.1.1.2 pH-Wert in H_2O (pH BZE/EU 2)
6.1.1.3 pH-Wert in 1 M KCl (pH BZE 1)
6.1.1.4 pH-Wert in 1 M KCl (pH BZE 2)
6.1.1.5 pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH Niedersachsen) [L]
6.1.1.6 pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH EU 1)
6.1.1.7 pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH BZE/EU 2)
6.2 Extraktionsverfahren
6.2.1 Kationenaustauschkapazitätsbestimmungen

6.2.1.1 effektive Kationenaustauschkapazität (AK_e)
6.2.1.2 potentielle (totale) Kationenaustauschkapazität (AK_t)
6.2.1.3 effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e EU 1)
6.2.1.4 effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e EU 2)
6.2.1.5 Basensättigungsbestimmung nach Kappen-Adrian [L]
6.2.1.6 effektive Kationenaustauschkapazität nach Bach (AK_e Schl.-Holstein) [L]
6.2.1.7 effektive Kationenaustauschkapazität (AK_e Bayern) [L]
6.2.1.8 effektive Kationenaustauschkapazität (AK_e Brandenburg / Mecklenburg-Vorpommern) [L]
6.2.1.9 effektive Kationenaustauschkapazität von Humusproben (AK_e Humus)
6.2.1.10 effektive Kationenaustauschkapazität des Bodenskeletts
6.2.2 wässrige Extrakte
6.2.2.1 wässriger 1:2-Extrakt
6.2.2.2 Gleichgewichtsbodenlösung (GBL)
6.2.2.3 Gleichgewichtsbodenporenlösung nach Hildebrand (GBPL)
6.2.3 Salzextrakte
6.2.3.1 Oxalat-Extrakt zur Bestimmung des oxidischen Fe und Al
6.2.3.2 Ammoniumnitrat-Extrakt zur Bestimmung extrahierbarer Schwermetalle [L]
6.2.3.3 Ammoniumlaktat-Essigsäure-Extrakt zur Orthophosphat-Bestimmung [L]
6.2.3.4 Citronensäure-Extrakt zur Phosphat-Bestimmung [L]
6.2.3.5 Kaliumchlorid-Extrakt zur Bestimmung der Gesamtazidität und freien H-Azidität [L]
6.3 Aufschlussverfahren
6.3.1 Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF
6.3.2 Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF mit Mikrowelle
6.3.3 Königswasser-Extrakt
6.3.4 HNO_3-Extrakt unter Druck [L]
6.3.5 Gesamtaufschluss mit HNO_3/$HClO_4$/HF mit Mikrowelle [L]

Buden Humus	Teil A1: Probenvorbereitung und Lagerung	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	Lagerung von Boden – und Humusproben vor der Probenvorbereitung	BZE Level I+II

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10381-2 u. –6	HBU: in Anlehnung an 2.3.1f u. 2.3.1g

1. Prinzip der Methode:

Feldfrische Boden- oder Humusproben werden gekühlt gelagert oder eingefroren, um Veränderungen des Probenmaterials möglichst gering zu halten.

2. Störungen:

Mikrobielle Prozesse in Boden- und Humusproben können zu Veränderungen einer Reihe von Parametern (z.B. Nitrat, pH, Ammonium etc.) führen. Diese Vorgänge können durch Probenkühlung oder Einfrieren vermindert bzw. unterdrückt werden.

3. Geräte und Zubehör:

Kühlraum, Kühlschrank
Gefrierschrank
Geeignete Probengefäße (sind z.B. Plastikbeutel, Leinenbeutel oder Kunststoff-Dosen und –Flaschen)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

a. gekühlte Lagerung:

Die von der Probenahme eingehenden Boden- oder Humusproben werden in den verschlossenen und beschrifteten Probengefäßen (geeignet sind z.B. Plastikbeutel, Leinenbeutel oder Kunststoff-Dosen und -Flaschen) belassen, in Kunststoffkisten gelegt und dann im Kühlraum bei 4 ± 1 °C gelagert.

Anmerkungen:

1. Feuchte Humus- oder Bodenproben sollten möglichst nicht über längere Zeit (3-4 Wochen) gelagert werden! Ist eine längere Lagerung nicht zu vermeiden, müssen die Proben eingefroren werden.
2. Sollen an den feldfrischen Proben die Mikrobielle Biomasse bestimmt oder eine Gleichgewichtsbodenlösung (GBL) gewonnen werden, so sollte sich die Lagerung auf wenige Tage beschränken!

b. Einfrieren der Proben:

Die von der Probenahme eingehenden Boden- oder Humusproben werden in den verschlossenen und beschrifteten Probengefäßen (geeignet sind z.B. Plastikbeutel

oder Kunststoff-Dosen und -Flaschen) belassen und bei – 20°C eingefroren und im Gefrierschrank gelagert.

Anmerkungen:

1. Bodenproben sollten vor dem Einfrieren im Plastikbeutel zerdrückt werden, damit keine großen Klumpen beim Einfrieren entstehen.
2. Eingefrorene Humusproben sollten vor dem Auftauen im gefrorenen Zustand zerbröselt werden.
3. Die Auswahl der verwendeten Probengefäße richtet sich nach dem Untersuchungsprogramm der Proben. So dürfen z.B. keine Kunststoffgefäße verwendet werden, wenn bestimmte organische Parameter bestimmt werden sollen (siehe DIN EN ISO 10381-6)

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. DIN EN ISO 10381-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenahme, Teil 2: Anleitung für Probenahmeverfahren
2. DIN EN ISO 10381-6, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit, Probenahme, Teil 6: Anleitung zur Entnahme, Behandlung und Lagerung von Boden für die Bestimmung aerober mikrobieller Prozesse unter Laboratoriumsbedingungen
3. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden L1.1 Boden, L2.1 Boden und L1.1 Humus, L2.1 Humus

Boden Humus	Lagerung von Boden- und Humusproben nach der Probenvorbereitung	BZE Level I+II

Norm: ---	HBU: ---

1. Prinzip der Methode:

Getrocknete und gesiebte oder gemahlene Proben werden in luftdichte Gefäße wie Weithals-Polyethylenflaschen oder Gefrierdosen abgefüllt und gelagert.

2. Störungen:

--

3. Geräte und Zubehör:

Lagerraum

Geeignete Probengefäße (z.B. Gefrierdosen mit Deckel, PE-Weithalsflaschen mit Schraubverschluss oder kleinere Flaschen oder Dosen mit Verschluss)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die getrockneten unbehandelten, gesiebten oder gemahlenen Boden- oder Humusproben werden in Probengefäßen wie z.B. Gefrierdosen mit Deckel, PE-Weithalsflaschen mit Schraubverschluss oder kleinere Flaschen oder Dosen mit Verschluss (insb. für gemahlene Proben) abgefüllt, luftdicht verschlossen und die Gefäße wisch- und wasserfest beschriftet. Die Lagerung erfolgt dann in einem trockenen Probenlager.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden L3.1 Boden und L3.1 Humus

Boden Humus	Trocknung von Boden- und Humusproben (BZE)	BZE

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464 | **HBU: in Anlehnung an 2.4.a**

1. Prinzip der Methode:

Die zur chemischen Analyse vorgesehenen Boden- oder Humusproben werden in einem Trockenschrank bei der vorgeschriebenen Temperatur getrocknet.

2. Störungen:

Werden Bodenproben bei höheren Temperaturen als 40 °C getrocknet, so besteht die Gefahr der Veränderungen an Tonmineral-Zwischenschichtstrukturen, die sich auf das Austauschverhalten auswirken können. Außerdem besteht die Gefahr der Verflüchtigung von anorganischen Spurenstoffen wie z.B. Quecksilber. Bei Humusproben, die bei höheren Temperaturen als 60 °C getrocknet werden, besteht die Gefahr des Verlustes flüchtiger N-Verbindungen.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Geeignete Probengefäße (z.B. Leinen- oder Plastikbeutel, Papiertüten, Kunststoff- oder Metallschalen, Kartons)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der DIN ISO 11464 **(HBU 2.4.a**) orientieren.
Die Boden- oder Humusprobe wird in einem geeigneten Gefäß (z.B. eine Kunststoff- oder Edelstahlschale oder ein Leinen- oder Kunststoffbeutel bzw. eine Papiertüte , in dem/der die Probe angeliefert wurde) ausgebreitet, zerdrückt und zerkrümelt, damit keine großen, harten Trocknungsbrocken entstehen. Dann wird die Probe in dem jeweiligen Gefäß in den Trockenschrank gelegt und getrocknet. Für Bodenproben beträgt die Trocknungstemperatur 40 °C, für Humusproben 60 °C.
Nach 2-4 Tagen wird der Trocknungsgrad durch Zerkrümeln einzelner Brocken per Hand geprüft. Die Trocknung muss fortgesetzt werden, bis die Abnahme der Masse in 24 h unter 5 % liegt. Wenn die Probe trocken ist, wird sie aus dem Trockenschrank genommen.

Anmerkungen:

1. Bei Verwendung von Tüten oder Beuteln sollten diese geöffnet und zusätzlich der Rand heruntergerollt werden, damit die Proben schneller trocknen.
2. Sollen an den Proben später Schwermetalle untersucht werden, dürfen die Proben nicht mit gepuderten Gummihandschuhen angefasst oder homogenisiert werden (Zn im Puder)!

3. Um die Bildung größerer, harter Klumpen beim Trocknen von sehr tonigen Proben zu vermeiden, ist es manchmal sinnvoll, das Material auch während des Trocknungsvorgangs zu zerkrümeln.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Trocknung EU-Methode (Kap. A1.2.2): Trotz der Trocknung von Humusproben bei 40 °C liefert die Methode im Wesentlichen vergleichbare Ergebnisse.

8. Literatur:

1. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methode T3.1 Boden und T4.1 Pflanze

Boden Humus	Trocknung von Boden- und Humusproben (EU)	Level I+II

Norm: In Anlehnung an DIN ISO 11464 | **HBU: 2.4.a**

1. Prinzip der Methode:

Die zur chemischen Analyse vorgesehenen Boden- oder Humusproben werden in einem Trockenschrank bei der vorgeschriebenen Temperatur getrocknet.

2. Störungen:

Werden Bodenproben bei höheren Temperaturen als 40 °C getrocknet, so besteht die Gefahr der Veränderungen an Tonmineral-Zwischenschichtstrukturen, die sich auf das Austauschverhalten auswirken können. Außerdem besteht die Gefahr der Verflüchtigung von anorganischen Spurenstoffen wie z.B. Quecksilber. Bei Humusproben, die bei höheren Temperaturen als 40 °C getrocknet werden, besteht die Gefahr des Verlustes flüchtiger N-Verbindungen.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Geeignete Probengefäße (z.B. Leinen- oder Plastikbeutel, Papiertüten, Kunststoff- oder Metallschalen, Kartons)

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die Boden- oder Humusprobe wird in einem geeigneten Gefäß (z.B. eine Kunststoff- oder Edelstahlschale oder ein Leinen- oder Kunststoffbeutel bzw. eine Papiertüte , in dem/der die Probe angeliefert wurde) ausgebreitet, zerdrückt und zerkrümelt, damit keine großen, harten Trocknungsbrocken entstehen. Dann wird die Probe in dem jeweiligen Gefäß in den Trockenschrank gelegt und bei 40 °C getrocknet.
Nach 2-4 Tagen wird der Trocknungsgrad durch Zerkrümeln einzelner Brocken per Hand geprüft. Wenn die Probe trocken ist, wird sie aus dem Trockenschrank genommen.

Anmerkungen:

1. Bei Verwendung von Tüten oder Beutel sollten diese geöffnet und zusätzlich der Rand heruntergerollt werden, damit die Proben schneller trocknen.
2. Sollen an den Proben später Schwermetalle untersucht werden, dürfen die Proben nicht mit gepuderten Gummihandschuhen angefasst oder homogenisiert werden (Zn im Puder)!

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Trocknung BZE-Methode (Kap. A1.2.1): Trotz der Trocknung von Humusproben bei 60 °C liefert die Methode annähernd vergleichbare Ergebnisse.

8. Literatur:

1. BMELF (Hrg.), (1997): Dauerbeobachtungsflächen zur Umweltkontrolle im Wald, Level II, Methodenleitfaden, S. 23 f.
2. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen

Boden Humus	Lufttrocknung von Boden- und Humus-proben	Länder (RP)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464	**HBU: 2.4.a**	

1. Prinzip der Methode:

Feldfrische Boden- und Humusproben werden durch Ausbreiten an der Luft getrocknet.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Kunststoff-Schale
puderfreie Einweg-Handschuhe
Kunststoff-Messer und -Löffel

Anmerkungen:

1. Um eine rasche Trocknung zu gewährleisten, sollte die Kunststoff-Schale eine möglichst große Grundfläche und keinen hohen Rand aufweisen. Üblich bei Bodenproben ist eine Masse von 1 bis 2 kg. Zweckmäßig sind hierfür Schalen mit einer Grundfläche von mind. 60 x 40 cm und einer Höhe bis zu ca. 5 cm.
2. Das Material der Schale darf keine Substanzen freisetzen oder aufnehmen, die untersucht werden sollen. Im Allgemeinen sind Kunststoffe wie Polyethylen, Polystyrol oder Polypropylen am besten geeignet.
3. Es sind puderfreie Handschuhe zu verwenden, da Puder zu einer Kontamination der Probe führen kann (z.B. Zn).

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Der Raum, in dem die Proben trocknen sollen, sollte ausschließlich für diesen Zweck verwendet werden. Eine gute Belüftung ist zu gewährleisten, ohne das eine Kontamination der Probe durch Außen- oder Laboratoriumsluft erfolgen kann. Die Luftströmung muss so gering sein, dass Probenmaterial nicht verwehen kann. Damit die Oberflächentemperatur der Probe 40°C nicht überschreitet, ist die direkte Sonneneinstrahlung auf die Probe zu verhindern. Die Raumtemperatur darf ebenfalls nicht über 40°C liegen.
Boden- oder Humusproben werden auf einer Schale ausgebreitet und durchmischt. An der Schale ist eine Probenkennung anzubringen. Um mikrobielle Veränderungen insbesondere von sehr feuchten und/oder huminstoffreichen Proben zu vermeiden, muss für eine rasche Trocknung eine möglichst große Oberfläche geschaffen werden. Hierfür sollte die Schichtdicke der ausgebreiteten Probe 15 mm nicht über-

schreiten. Größere Bodenaggregate sind vorsichtig manuell zu zerkleinern. Es ist darauf zu achten, dass Material, das „naturbedingt“ >2 mm ist, nicht zerkleinert wird. Sehr plastisches (toniges) Probenmaterial kann im feldfrischen Zustand mit einem Kunststoff-Messer in Scheiben geschnitten werden.
Die Trocknungsdauer vermindert sich, wenn das Probenmaterial nach oberflächennaher Trocknung auf der Schale vorsichtig gewendet wird. Aufwirbeln von Probenmaterial muss dabei verhindert werden.
Die Trocknungsdauer hängt wesentlich vom Wassergehalt, der Korngrößenzusammensetzung, dem Gehalt an organischer Substanz der Probe, sowie der Schichtdicke und dem Zerkleinerungsgrad der ausgebreiteten Probe ab. Ferner spielen Raumtemperatur, Luftfeuchtigkeit und der Luftaustausch im Raum eine Rolle. Bei normalem Wassergehalt sind sandige Mineralbodenproben nach etwa 48 h, schluffig/lehmige Proben nach etwa 72 bis 96 h trocken. Bei hohem Gehalt an organischer Substanz und/oder Tongehalt kann eine Trocknungsdauer von über einer Woche erforderlich sein.
Bodenproben sind in der Regel lufttrocken, wenn das gesamte Probenmaterial nach Ablauf der oben genannten Richtzeiten eine einheitliche Bodenfarbe aufweist. Dunklere Bereiche deuten meist auf eine unvollständige Trocknung hin.
Nach DIN ISO 11646 gilt ein Probe als getrocknet, wenn die Abnahme der Masse innerhalb 24 h 5% nicht überschreitet.
Kann das Probenmaterial nach der Trocknung nicht zeitnah aufbereitet werden (Zerkleinerung aggregiertem Probenmaterial, Sieben, Mahlen) ist es abzudecken.

Anmerkungen:
1. Jeder Hautkontakt mit den Proben ist zu vermeiden. Hierfür sind puderfreie Einweg-Handschuhe zu verwenden.
2. Sollte der Verdacht erheblicher Belastungen bestehen, ist ein entsprechender Hinweis an der Schale anzubringen und ein sicherer Abstand zu anderen Proben einzuhalten.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. DIN ISO 11464, Ausgabe:1996-12: Bodenbeschaffenheit - Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen (ISO 11464:1994)

Boden Humus	Siebung von Boden- und Humusproben	BZE (1) Level I+II (1)

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464 | **HBU: 2.4.a**

1. Prinzip der Methode:

Die getrocknete Probe wird manuell oder maschinell vorzerkleinert und durch ein 2 mm-Sieb trocken gesiebt. Eine Veränderung der Korngrößenzusammensetzung und damit auch der Oberflächen soll in diesem Probenvorbehandlungsschritt weitgehend vermieden werden.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

a.) manuelle Aufbereitung und Siebung

Prüfsieb nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565 (Metall oder Kunststoff), Maschenweite 2 mm, mit Auffangschale
Mörser und Pistille aus Porzellan oder Achat
Waage, Fehlergrenze 0,01g
ggf. Analysensiebmaschine
Kunststoffschüssel

b.) maschinelle Aufbereitung und Siebung:

Bodenmühle mit Bodensieb mit Trapezlochung, 2 mm
Staubabsaugung
ev. Backenbrecher

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der DIN ISO 11464 **(HBU 2.4.a**) orientieren.

a.) Vorzerkleinerung:

Enthält die Bodenprobe größere Bodenaggregate oder sind Bodenproben beim Trocknen sehr stark verbacken müssen sie vorzerkleinert werden. Dies kann manuell mit einem Mörser oder manchmal auch maschinell mit einem Backenbrecher geschehen.
Die getrocknete Bodenprobe wird gewogen und in Teilmengen in einen Mörser gegeben. Material, das einen erheblich größeren Durchmesser als 2 mm besitzt wird aussortiert und für weitere Untersuchungen in eine Kunststoffschüssel gegeben. Dabei ist darauf zu achten, dass die Menge an anhaftendem Feinmaterial möglichst

gering ist. Bei hohem Grobbodenanteil kann eine Vorsiebung mit einer Maschenweite von 6,3 bis 10 mm die Aufbereitung vereinfachen.
Mit Hilfe eines Pistills erfolgt die schonende manuelle Zerkleinerung der Bodenaggregate im Mörser. Unter Bodenaggregate ist „verklumptes bzw. verbackenes" Probenmaterial zu verstehen, das „naturbedingt" einen Durchmesser =2 mm besitzt. Es ist darauf zu achten, dass Material mit einem „naturbedingt" größeren Durchmesser möglichst nicht zerkleinert wird. Sehr vorsichtig muss dabei bei Anwesenheit von Material mit geringer Härte (z.B. Carbonat-, Eisen-, Mangankonkretionen oder extrem verwittertes Festgestein) vorgegangen werden.

Anmerkungen:
1. Sollen die Bodenproben auf Schwermetalle untersucht werden, dürfen sie wegen des Metallabriebs nur mit Backenbrechern mit Wolframcarbid-Backen vorzerkleinert werden!

b.) Siebung:
1.) manuell
Die getrocknete Boden- oder Humusprobe bzw. die gemörserte (Teil-)probe wird auf ein 2 mm-Sieb aus Metall oder Kunststoff mit darunter stehender Auffangschale gegeben und soviel Material wie möglich trocken durch das Sieb geschüttelt bzw. gerieben. Sollten im Siebrückstand noch Bodenaggregate >2 mm vorhanden sein, sind diese nochmals zu mörsern.
Der Siebrückstand wird für weitere Untersuchungen in eine Kunststoffschüssel gegeben.
Bei üblichen Probenmengen muss der gesamte Arbeitsablauf mit Teilproben mehrfach wiederholt werden. Die gesiebten Teilproben werden vereinigt, homogenisiert und in verschließbare Kunststoff- oder Glasbehälter überführt.

Sofern das Bodenprobenmaterial >2 mm (Siebrückstand) für weitere Untersuchungen benötigt wird, sollte es über Nacht in Wasser eingeweicht und anschließend mit einem 2 mm Sieb nass gesiebt werden. Damit wird anhaftendes Feinmaterial entfernt. Der getrocknete Siebrückstand kann anschließend gewogen und in Beziehung zur Originalprobe gesetzt werden. Mit diesem Ergebnis wird allerdings der Grobbodenanteil nicht genau genug abgeschätzt, da dafür in der Regel die übliche Probenmenge zu gering ist.

Bei Humusproben wird der Siebrückstand entweder verworfen oder muss maschinell mit geeigneten Geräten (Schneidmühle, Labormixer) je nach Ziel der weitergehenden Untersuchungen zerkleinert werden.

Anmerkungen:
1. Bei üblichen Massen von 1-3 kg ist die gesamte Probe zu zerkleinern und zu sieben. Ansonsten kann eine repräsentative Teilprobe herangezogen werden. Dies kann durch Viertelung oder Probenteilung mit einem Probenteiler (z.B. Riffelteiler) erfolgen.
2. Bei Tonschiefern reicht für die Nasssiebung eine Einweichzeit von 1 Std.
3. Sollen die Boden- oder Humusproben auf Schwermetalle untersucht werden, so dürfen keine Metallsiebe verwendet werden!

4. Schwer zu siebende Humusproben können mit einem 4 mm-Sieb vorgesiebt werden.
5. Das Sieben ist stets in einer Staubabsaugkabine durchzuführen!

2.) maschinelle Siebung:

Alternativ zum Handsieb können Bodenproben auch mit einer sog. Bodenmühle gesiebt werden, bei der die trockene Probe mittels einer kreisenden Bürste durch ein Metallsieb gebürstet wird und das grobe Material incl. der Steine in einem getrennten Auffanggefäß gesammelt wird. Dabei ist entsprechend der Anleitung des Herstellers zu verfahren.

Anmerkungen:

1. Proben, die Nach DIN ISO 11464 gesiebt werden müssen, nicht mit der Bodenmühle bearbeiten, da das Sieb Trapezlochung statt Quadratlochung hat!
2. Stark verbackene Proben müssen mit einem Hammer oder einem Backenbrecher vorzerkleinert werden.
3. Sollen die Bodenproben auf Schwermetalle untersucht werden, darf wegen des Metallabriebs nur eine Bodenmühle mit TiN-beschichtetem Siebblech verwendet werden.
4. Falls größere Mengen von bindigem Feinbodenmaterial an der Grob/Stein-Fraktion haften bleiben, muß eine manuelle Nachbearbeitung erfolgen, um diesen Anteil auch der Feinbodenfraktion zuzuführen.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
2. DIN ISO 3310-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe
3. DIN ISO 3310-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 2: Analysensiebe mit Lochblenden
4. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden SB1.1 Boden, SBP1.1 Boden, SBP2.1 Boden, SBP3.1 Boden und SBP1.1 Humus, SBP2.1 Humus, SBP3.1 Humus

Humus	Siebung von Boden- und Humusproben (BZE/EU 2)	BZE (2) Level I+II (2)

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464 | **HBU: 2.4.a**

1. Prinzip der Methode:

Die getrocknete Bodenprobe wird manuell oder maschinell vorzerkleinert und durch ein 2 mm-Sieb trocken gesiebt. Eine Veränderung der Korngrößenzusammensetzung und damit auch der Oberflächen soll in diesem Probenvorbehandlungsschritt weitgehend vermieden werden.
Bei Humusproben werden Steine und organische Teile > 2 cm vor dem Sieben aussortiert und die Probe durch ein 2 mm Sieb gerieben.

2. Störungen:

organische Teile < 2 cm, die sich nicht durch das Sieb reiben lassen, müssen z. B. mit einer geeigneten Mühle auf 2 mm-Stücke vorzerkleinert und danach der gesiebten Humusprobe zugeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

a.) manuelle Aufbereitung und Siebung:

Prüfsieb nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565 (Metall oder Kunststoff), Maschenweite 2 mm, mit Auffangschale
ev. Prüfsieb nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565 (Metall oder Kunststoff), Maschenweite 2 cm, mit Auffangschale
Mörser und Pistille aus Porzellan oder Achat
Waage, Fehlergrenze 0,01g
ggf. Analysensiebmaschine
Kunststoffschüssel

b.) maschinelle Aufbereitung und Siebung:

Bodenmühle mit Bodensieb mit Trapezlochung, 2 mm
Staubabsaugung
ev. Schneidmühle mit 2 mm-Sieb
ev. Backenbrecher

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der DIN ISO 11464 **(HBU 2.4.a**) orientieren.

a.) Vorbereitung und Vorzerkleinerung:

a1.) Bodenproben:
Enthält die Bodenprobe größere Bodenaggregate oder sind Bodenproben beim Trocknen sehr stark verbacken müssen sie vorzerkleinert werden. Dies kann manuell mit einem Mörser oder manchmal auch maschinell mit einem Backenbrecher geschehen.
Die getrocknete Bodenprobe wird gewogen und in Teilmengen in einen Mörser gegeben. Material, das einen erheblich größeren Durchmesser als 2 mm besitzt wird aussortiert und für weitere Untersuchungen in eine Kunststoffschüssel gegeben. Dabei ist darauf zu achten, dass die Menge an anhaftendem Feinmaterial möglichst gering ist. Bei hohem Grobbodenanteil kann eine Vorsiebung mit einer Maschenweite von 6,3 bis 10 mm die Aufbereitung vereinfachen.
Mit Hilfe eines Pistills erfolgt die schonende manuelle Zerkleinerung der Bodenaggregate im Mörser. Unter Bodenaggregate ist „verklumptes bzw. verbackenes" Probenmaterial zu verstehen, das „naturbedingt" einen Durchmesser =2 mm besitzt. Es ist darauf zu achten, dass Material mit einem „naturbedingt" größeren Durchmesser möglichst nicht zerkleinert wird. Sehr vorsichtig muss dabei bei Anwesenheit von Material mit geringer Härte (z.B. Carbonat-, Eisen-, Mangankonkretionen oder extrem verwittertes Festgestein) vorgegangen werden.
a2.) Humusproben:
Bei den Humusproben werden zunächst die Steine und grüne Pflanzenteile aussortiert und verworfen. Danach werden alle organischen Teile > 2 cm von Hand aussortiert oder mit einem 2 cm-Sieb abgesiebt. Diese Fraktion > 2 cm wird entweder verworfen oder für weitere Untersuchungen (z.B. Humusvorrat) zurückgestellt.

Anmerkungen:
1. Sollen die Bodenproben auf Schwermetalle untersucht werden, dürfen sie wegen des Metallabriebs nur mit Backenbrechern mit Wolframcarbid-Backen vorzerkleinert werden!

b.) Siebung:
b1.) Bodenproben
1.) manuelle Siebung:
Die getrocknete Bodenprobe bzw. die gemörserte (Teil-)probe wird auf ein 2 mm-Sieb aus Metall oder Kunststoff mit darunter stehender Auffangschale gegeben und soviel Material wie möglich trocken durch das Sieb geschüttelt bzw. gerieben. Sollten im Siebrückstand noch Bodenaggregate >2 mm vorhanden sein, sind diese nochmals zu mörsern.
Der Siebrückstand wird für weitere Untersuchungen in eine Kunststoffschüssel gegeben.
Bei üblichen Probenmengen muss der gesamte Arbeitsablauf mit Teilproben mehrfach wiederholt werden. Die gesiebten Teilproben werden vereinigt, homogenisiert und in verschließbare Kunststoff- oder Glasbehälter überführt.
Sofern das Bodenprobenmaterial >2 mm (Siebrückstand) für weitere Untersuchungen benötigt wird, sollte es über Nacht in Wasser eingeweicht und anschließend mit einem 2 mm Sieb nass gesiebt werden. Damit wird anhaftendes Feinmaterial entfernt. Der getrocknete Siebrückstand kann anschließend gewogen und in Beziehung zur Originalprobe gesetzt werden. Mit diesem Ergebnis wird allerdings der Grob-

bodenanteil nicht genau genug abgeschätzt, da dafür in der Regel die übliche Probenmenge zu gering ist.

2.) maschinelle Siebung:

Alternativ zum Handsieb können Bodenproben auch mit einer sog. Bodenmühle gesiebt werden, bei der die trockene Probe mittels einer kreisenden Bürste durch ein Metallsieb gebürstet wird und das grobe Material incl. der Steine in einem getrennten Auffanggefäß gesammelt wird. Dabei ist entsprechend der Anleitung des Herstellers zu verfahren.

Anmerkungen:

1. Proben, die Nach DIN ISO 11464 gesiebt werden müssen, nicht mit der Bodenmühle bearbeiten, da das Sieb Trapezlochung statt Quadratlochung hat!
2. Stark verbackene Proben müssen mit einem Hammer oder einem Backenbrecher vorzerkleinert werden.
3. Sollen die Bodenproben auf Schwermetalle untersucht werden, darf wegen des Metallabriebs nur eine Bodenmühle mit TiN-beschichtetem Siebblech verwendet werden.
4. Falls größere Mengen von bindigem Feinbodenmaterial an der Grob/Stein-Fraktion haften bleiben, muß eine manuelle Nachbearbeitung erfolgen, um diesen Anteil auch der Feinbodenfraktion zuzuführen.
5. Das Sieben ist stets in einer Staubabsaugkabine durchzuführen!

b2.) Humusproben:

Die getrocknete Humusprobe wird auf ein 2 mm-Sieb aus Metall oder Kunststoff mit darunter stehender Auffangschale gegeben und soviel Material wie möglich durch das Sieb gerieben.

Organische Teile, die nicht durch das Sieb gerieben werden können, müssen mit einem geeigneten Mahlgerät (z.B. Schneidmühle mit 2 mm-Sieb) auf 2 mm zerkleinert und das Material der Gesamtprobe zugeführt werden.

Bei üblichen Probenmengen muss der gesamte Arbeitsablauf mit Teilproben mehrfach wiederholt werden. Die gesiebten Teilproben werden vereinigt, homogenisiert und in verschließbare Kunststoff- oder Glasbehälter überführt.

Anmerkungen:

1. Bei üblichen Massen von 1-3 kg ist die gesamte Probe zu zerkleinern und zu sieben. Ansonsten kann eine repräsentative Teilprobe herangezogen werden. Dies kann durch Viertelung oder Probenteilung mit einem Probenteiler erfolgen.
2. Sollen die Humusproben auf Schwermetalle untersucht werden, so dürfen keine Metallsiebe und keine Mühlen, die Metallabrieb haben, verwendet werden!
3. Schwer zu siebende Humusproben können mit einem 4 mm-Sieb vorgesiebt werden.
4. Das Sieben ist stets in einer Staubabsaugkabine durchzuführen!

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

5. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
6. DIN ISO 3310-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe

DIN ISO 3310-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 2: Analysensiebe mit Lochblenden

Boden Humus	Mahlen von Boden- und Humusproben	BZE Level I+II

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11464 | **HBU: 2.4.a**

1. Prinzip der Methode:

Eine Teilprobe der getrockneten und gesiebten Boden- oder Humusprobe wird in einer Kugel- oder Scheibenschwingmühle gemahlen. Der Mahlvorgang ist so durchzuführen, dass das Material analysenfein (< 60 µm) gemahlen sind.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Kugelmühle
Achat- oder Zirkonoxidbecher
Achat- oder Zirkonoxidkugeln
Scheibenschwingmühle
Achatscheiben
Ultrazentrifugalmühle mit Titanwerkzeugen (nur für Humusproben)
Pinsel
Pulvertrichter

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Das Vorgehen sollte sich nach DIN ISO 11464 **(HBU2.4.a)** richten.

a.) Mahlen mit der Kugelmühle:

In die Mahlbecher einer Kugelmühle werden zunächst die Mahlkugeln (in der Regel 6 Stück der auf die Becher abgestimmten Größe) und dann soviel Material der getrockneten und gesiebten Boden- oder Humusprobe eingefüllt, bis der Becher maximal 2/3 gefüllt ist. Anschließend werden die Becher mit den Dichtungsringen und Deckeln verschlossen, in die Halterungen der Mühle gestellt und mit der Spannvorrichtung befestigt. Die Mühle wird geschlossen und nach Einstellen der Zeitschaltuhr (in der Regel 10 min.) angestellt. Nach Beendigung des Mahlvorgangs und Stillstand der Mühle werden der Deckel der Mühle geöffnet, die Spannvorrichtungen gelöst und die Mahlbecher entnommen. Die Kugeln werden aus den Bechern genommen und das anhaftende Mahlgut mit einem Pinsel abgepinselt. Dann wird das Mahlgut mit Hilfe des Pinsels in ein Probengefäß abgefüllt. Anschließend werden die Becher und Kugeln für den nächsten Mahlvorgang gründlich gereinigt (Nassreinigung und anschl. Trocknung).

Anmerkungen:

1. Achat- und Zirkonoxid-Becher sind für das Mahlen von Proben für die Schwermetallanalyse geeignet, da der SiO_2-Abrieb der Achatbecher und der minimale Abrieb der Zirkonoxidbecher schwermetallfrei sind.
2. Bei der Bestückung der Mühle ist darauf zu achten, dass die gegenüber liegenden Positionen stets mit Bechern gleicher Größe belegt sind, um ausgeglichene Gewichtsverhältnisse zu haben. Ggf. müssen leere Becher eingesetzt werden.
3. Vor Inbetriebnahme der Mühle muss stets geprüft werden, ob alle Becher mit den Spannvorrichtungen richtig befestigt sind.

b.) Mahlen mit der Scheibenschwingmühle:

Bei Mahlen von Mineralbodenproben sollte mit ca. 1.400 U/min, beim Mahlen von Humusproben mit ca. 700 U/min gearbeitet werden. Die Mahldauer liegt bei 1-2 min.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. DIN ISO 11464, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit, Probenvorbehandlung für physikalisch-chemische Untersuchungen
2. DIN ISO 3310-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe
3. DIN ISO 3310-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 2: Analysensiebe mit Lochblenden
4. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden MBP1.1 Boden, MBP2.1 Boden, MBP3.1 Boden und MBP1.1 Humus, MBP2.1 Humus, MPB3.1 Humus

Boden Humus	Teil A2: Bestimmung bodenphysikalischer Parameter	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	Wassergehalt	BZE Level I+II
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11465	**HBU: 5.1.3.1.a**	

1. Prinzip der Methode:

Der Wassergehalt wird durch Trocknen der luftgetrockneten oder bei 40 °C (Boden) bzw. 60 °C (Humus) vorgetrockneten Probe bei 105 °C und Wiegen der Probe vor und nach der Trocknung bestimmt.
Mit dem Umrechnungsfaktor UF, der aus dem so ermittelten Wassergehalt (Masse-%) berechnet wird, können Elementgehalte von vorgetrockneten Proben auf absolut trockene Proben umgerechnet werden.

2. Störungen:

Die organische Substanz kann bei 105 °C teilweise zerstört werden und als CO_2 bzw. H_2O entweichen. Leichtflüchtige Substanzen können ebenfalls entweichen. Diese Verluste werden dann als Wasser berechnet.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Exsikkator mit Trocknungsmittel
Bechergläser, Wägeschälchen
Waage , Wägegenauigkeit +/- 0,01 g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A.1.2.1 bzw. A.1.2.2 (EU)

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an DIN ISO 11465 (**HBU 5.1.3.1.a**) orientieren.

a.) Wassergehaltsbestimmung:

Ein Aliquot der bei 40°C vorgetrockneten Bodenmischprobe bzw. der bei 60 °C vorgetrockneten Humusprobe wird in ein Becherglas oder Wägeschälchen eingewogen und im Trockenschrank bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet:
Die Waage auf Null tarieren. Das Becherglas auf die Waage stellen und das Gewicht (GB) *Becher leer* notieren.
Die Waage mit aufgestelltem Becherglas auf Null tarieren. In das Becherglas ca. 10 g feldfrischen Boden einwiegen. Das Gewicht (GPF) *Probe feucht* notieren.
Die Bechergläser mit den eingewogenen Proben bei 105 °C in den Trockenschrank stellen und 12-24 Stunden bis zur Gewichtskonstanz trocknen.

Die heißen Proben mit einer Tiegelzange in den Exsikkator stellen und auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
Nach dem Abkühlen die Bechergläser mit der Probe auf 0,01 g genau auswiegen. Das Gewicht (GPT+GB) *Probe trocken u. Becher* notieren.
Die Differenz zwischen vorgetrockneter und absolut trockener Probe bezogen auf absolut trockene Probe ergibt den Wassergehalt.

$$WG = \frac{GPF - ((GPT + GB) - GB)}{(GPT + GB) - GB} * 100 = \frac{GPF - GPT}{GPT} * 100$$

WG = Wassergehalt (Masse-%), GPF = Gewicht Probe feucht (g), GPT = Gewicht Probe trocken (g), GB = Gewicht Becher (g)

Anmerkungen:
1. Bei Proben, bei denen nur wenig Material vorhanden ist, sollten zur Wassergehaltsbestimmung mindestens 1 g eingewogen werden.

b) Ermittlung des Umrechnungsfaktors UF für absolut trockene Proben (BZE)

Elementgehalte von Boden- oder Humusproben werden stets bezogen auf absolut trockene Proben (105°C) angegeben. Da die Elementgehaltsbestimmung stets an vorgetrockneten Proben (40°C bei Boden, 60°C bei Humus) erfolgt, müssen die so bestimmten Gehalte mit dem Umrechnungsfaktor UF multipliziert werden, um die Elementgehalte bezogen auf absolut trockene Proben zu erhalten.
Der Umrechnungsfaktor UF wird wie folgt ermittelt wird:

$$UF = \frac{100}{100 - WG}$$

UF = Umrechnungsfaktor, WG = Wassergehalt (Masse-%)

Anmerkungen:
1. Bei der BZE spielt aufgrund der sich ergebenden großen Streuung bei der Probennahme die Umrechnung der Analysenwerte auf absolut trockene Substanz (105 °C) nur eine untergeordnete Rolle (Differenz ca. 3 %). Für Humusproben ist eine Umrechnung gar nicht vorgesehen. Für Mineralbodenproben wird sie als verzichtbar eingestuft. Falls der UF bestimmt wird, sind der UF und die Analysenergebnisse bezogen auf die bei 40 °C getrocknete Substanz getrennt anzugeben.

c) Ermittlung des Korrekturfaktors F für absolut trockene Proben (Level I +II)

Der Korrekturfaktor F wird wie folgt ermittelt wird:

$$F = \frac{100 + WG}{100}$$

F = Korrekturfaktor, WG = Wassergehalt (Masse-%)

Anmerkungen:
Bei Level II-Erhebungen ist die Berücksichtigung des Wassergehalts bei Elementgehaltsangaben vorgeschrieben.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) Berücksichtigung des Wassergehalts: Die Elementgehaltsangaben bei der BZE und bei Level-I+II-Erhebungen unterscheiden sich um ± 5%, da bei der BZE für Humus und Boden keine Wassergehaltsbestimmung vorgesehen ist bzw. als verzichtbar gilt und sich außerdem die Formeln für den Umrechnungsfaktor (BZE) und den Korrekturfaktor (Level II) etwas unterscheiden.

9. Literatur:

1. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1997): Dauerbeobachtungsflächen zur Umweltkontrolle im Wald, Level II, Methodenleitfaden; Bonn
2. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1994): Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE), Arbeitsanleitung; Bonn
3. DIN ISO 11465, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse - Gravimetrisches Verfahren

Boden	Trockenraumdichte (TRD BZE 1)	BZE (1)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11 272	**HBU: 5.1.2.2a**	

1. Prinzip der Methode:

Bei der Bestimmung der Trockenraumdichte (TRD) wird mit einem Stechzylinder im Feld eine volumengerechte Probe genommen. Durch Wiegen der Probe nach Trocknung bei 105 °C kann die Dichte des trockenen Bodens bestimmt werden.

2. Störungen:

Bei sehr steinhaltigen Böden ist eine repräsentative Probenahme nur schwer oder gar nicht möglich. Eine Abschätzung der Trockenraumdichte im Gelände kann hier zu repräsentativeren Ergebnissen führen.
Die Bestimmung der Trockenraumdichte ist fehlerhaft, wenn nennenswerte Anteile von Wurzeln in der Probe vorhanden sind. In diesen Fällen ist eine Korrektur vorzunehmen.

3. Geräte und Zubehör:

Stechzylinder
Trockenschrank
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

---

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an DIN ISO 11 272 (**HBU 5.1.2.2a,** Trockenrohdichte) orientieren.
Die Stechzylinderprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.
Die Trockenraumdichte wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD = \frac{M}{V}$$

TRD = Trockenraumdichte (g/cm^3), M = Masse des bei 105 °C getr. Bodens (g), V = Volumen der Probe (cm^3)

Anmerkungen:

1. Falls die Bodenprobe im Stechzylinder verbleibt, muss das Gewicht des Stechzylinders in Abzug gebracht werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1990): Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE), Arbeitsanleitung
2. DIN ISO 11272, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockenrohdichte

Boden	Feinbodenmenge und Feinbodenanteil (BZE 1)	BZE (1)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Zur Bestimmung des Feinbodenanteils werden die Steine einer bei 105 °C getrockneten Stechzylinderprobe vom Feinboden durch Sieben abgetrennt und durch Waschen von anhaftendem Boden befreit. Aus der Differenz zwischen dem Gewicht der Gesamtprobe und dem Steingewicht ergibt sich der Feinbodenanteil.

2. Störungen:

Bei sehr steinhaltigen Böden ist eine repräsentative Probenahme nur schwer oder gar nicht möglich. Eine Abschätzung im Gelände kann hier zu repräsentativeren Ergebnissen führen.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Metallsieb 2 mm (oder Bodenmühle mit 2 mm Sieb)
Waage Wägegenauigkeit +/- 0,1 g

4. Chemikalien:

Leitungswasser

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methode A.2.2

7. Durchführung:

a) Bestimmung des Feinbodenanteils mit Handsieb

Die bei 105 °C getrocknete Stechzylinderprobe wird gewogen und die größeren Steine werden mit einem 2 mm Sieb vom Feinboden getrennt. Der Siebrückstand wird gespült, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftender Boden abzuspülen. Die im Sieb verbleibenden Steine (Skelettanteil des Bodens) werden in ein Becherglas geschüttet und bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen.

Anmerkungen:

1. Wenn die Stechzylinderprobe durch das Trocknen stark zusammenbackt, kann es sinnvoll sein, die Probe mit einem Backenbrecher vor dem Sieben zu zerkleinern. Dafür sollten die großen Steine vorher aussortiert sein.
2. Bei nicht bindigen Böden (Sand) kann das Waschen und Trocknen der Steine entfallen.

b) Bestimmung des Feinbodenanteils mit einer Bodenmühle

Bei der Bodenmühle die Boden-Auffangschublade unter dem Gerät befestigen, die Staubabsaugung einschalten und die trockene Stechzylinderprobe in den Einfülltrichter füllen, bis dieser maximal bis zum Rand gefüllt ist (maximale Füllmenge ca. 500 g). Danach Deckel des Trichters schließen. Die Schaltuhren „high speed time“ und „low speed time“ einstellen (ca. 30 s und 15 s). Mühle durch Drücken der Starttaste in Betrieb setzen. Die Mühle läuft zunächst mit hoher Geschwindigkeit (high speed), um die Probe durch das Sieb zu bürsten und anschließend mit langsamer Geschwindigkeit (low speed), um Steine und nicht zerkleinertes Material in die Steinschublade auszukehren.
Nach Stillstand der Mühle die Steine aus der Steinschublade entnehmen und auf ein 2 mm Sieb schütten. Die Bodenprobe aus der Boden-Auffangschublade auf ein 2 mm Metallsieb schütten und soviel Feinmaterial wie möglich absieben und verwerfen. Die Steine und den Siebrückstand mit warmem Wasser solange waschen, bis der anhaftende Boden vollständig entfernt ist. Die Steine in Bechergläser füllen und bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz trocknen. Die Steine auf 0,1 g genau wiegen.

Anmerkungen:

1. In die Bodenmühle sollten keine stark verbackenen Proben eingefüllt werden, da diese das Sieb zerstören können. Stark verbackene Proben werden in einem Leinenbeutel o.ä. mit einem Gummihammer vorsichtig vorzerkleinert.

c) Berechnung des Feinbodenanteils:

Der Feinbodenanteil (FBA) errechnet sich wie folgt:

$$FBA = \frac{(TG - SG) * 100}{TG}$$

FBA = Feinbodenanteil (Masse-%), TG = Trockengewicht der Gesamtprobe (g), SG = Steingewicht (g)

d) Berechnung der Feinbodenmenge:

Die Feinbodenmenge (FBM) errechnet sich aus der Trockenraumdichte, dem Feinbodenanteil und der Schichtmächtigkeit:

$$FBM = \frac{TRD * FBA * F * M}{100}$$

FBM = Feinbodenmenge (t), TRD = Trockenraumdichte (t/m^3),
FBA = Feinbodenanteil (Masse-%), F = Flächengröße (m^2),
M = Horizont- oder Schichtmächtigkeit (m)

e) Berechnung der Feinbodenmenge bei nicht repräsentativen Stechzylinderproben:

Bei einem hohen Skelettanteil lassen sich meist keine repräsentativen Proben zur Bestimmung des Skelettgehaltes gewinnen, da die Proben nur aus den beprobbaren Bereichen des Profils entnommen werden. Eine Einbeziehung des geschätzten Skelettanteils aus der Geländeansprache in die Laboruntersuchung ist nicht möglich, da im Labor gravimetrische Messungen erfolgen, während im Gelände volumetrische Schätzungen vorgenommen werden.

Hier kann folgendes Berechnungsverfahren angewandt werden. Aus der Stechzylinderprobe lässt sich die Dichte des Feinbodens ermitteln:

$$FBD = \frac{MPr - MSk}{VPr - \frac{MSk}{SkD}}$$

FBD = Feinbodendichte (g/cm^3), SkD = Dichte des Skeletts (g/cm^3), MPr = Masse der trockenen Stechzylinderprobe bei 105 °C (g), MSk = Masse des Skeletts der Stechzylinderprobe (g), VPr = Volumen der Stechzylinderprobe (cm^3)

Die Berechnung der Feinbodenmenge erfolgt dann über die Gleichung:

$$FBM = \frac{FBD * FBA * F * M}{100}$$

FBM = Feinbodenmenge (t), FBD = Feinbodendichte (t/m^3), FBA = Feinbodenanteil (Masse-%), F = Flächengröße (m^2), M = Horizont- oder Schichtmächtigkeit (m)

Anmerkungen:

1. Der für die Dichte der Steine (SkD) angegebene Wert von 2,65 g/cm^3 gilt nicht für alle Steine. Dieser Wert kann eingesetzt werden z. B. für Ton- und Kieselschiefer und Quarzit. Angewitterte Steine oder bestimmte geologische Bildungen (z. B. Bims) haben deutlich geringere Dichten aufgrund ihres Porenanteils. Hier sind entsprechende Messungen erforderlich.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1990): Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE), Arbeitsanleitung

Humus	Humusvorrat (BZE 1)	BZE (1) Level I+II (1)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:
Die auf einer definierten Fläche genommene Humusprobe wird getrocknet und gewogen.

2. Störungen:
---

3. Geräte und Zubehör:
ev. Stechzylinder oder Stechrahmen
Trockenschrank
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g

4. Chemikalien:
---

5. Lösungen:
---

6. Probenvorbereitung:
---

7. Durchführung:

a.) Trocknen und Wiegen der Humusauflage:
Die möglichst mit einem großen Stechzylinder oder Stechrahmen auf einer definierten Fläche genommene Humusprobe (L-, Of- und Oh-Lage getrennt) wird bei 60 °C getrocknet (siehe A1.2.1) und anschließend 0,1 g genau gewogen.

b.) Berechnung des Humusvorrats der Auflage:

$$HV = \frac{MH * 100}{FLAUFL}$$

(HV = Humusvorrat (t/ha), MH = Masse der Humusprobe (g) (L-, Of- und Oh-Lage getrennt), FLAUFL = beprobte Fläche (cm^2)

Der gesamte Humusvorrat ergibt sich aus der Addition der Teilvorräte:
$HV_{ges} = HV_L + HV_{Of} + HV_{Oh}$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

Boden	Korngrößenzusammensetzung in Mineralböden	BZE (2) Level I+II

Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11277 | **HBU: 5.1.1.1a**

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung des getrockneten Mineralbodens (<2mm) erfolgt durch eine Kombination aus Sieben und Sedimentation.
Die Gewinnung der Sandfraktionen (>0,063 mm) erfolgt durch Siebung. Die feineren Bestandteile werden mit der KÖHN-Pipette fraktioniert. Das Messprinzip beruht auf dem STOKE´schen Gesetz, wonach kugelförmig gedachte Teilchen in einer Flüssigkeit umso schneller absinken, je größer sie sind. Die Geschwindigkeit mit der ein Bodenteilchen in einer Flüssigkeit absinkt, ist eine Funktion seines Umfangs und seiner Dichte sowie der Dichte und der Viskosität des Mediums, in dem sich das Teilchen bewegt. Zu definierten Fallzeiten und Eintauchtiefen der KÖHN-Pipette wird ein Aliquot der Bodensuspension entnommen, getrocknet und ausgewogen.
Grundsätzlich ist diese Arbeitsanweisung für die Untersuchung von Mineralböden vorgesehen. Gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung enthalten Mineralbodenhorizonte weniger als 30 Masse-% organische Substanz. Dieser Wert ist daher als die übliche obere Anwendungsgrenze dieser Methode anzusehen.

Anmerkung:

1. Die DIN ISO 11277 definiert keine obere Anwendungsgrenze, während nach der DIN 19683-2 nur maximal 15 Masse-% organische Substanz zulässig waren.

2. Störungen:

Organische Substanz > 0,2 % stört die Sedimentation sowie die Siebung und muss vorher zerstört werden.
Merkliche Mengen an löslichen Salzen und Gips verfälschen das Ergebnis. Sie sind bei einer elektrischen Leitfähigkeit der wässrigen Suspension von > 40 mS/m (= 400 µS/cm) auszuwaschen.
Carbonate verkitten einen Teil der feineren Primärpartikel, wodurch größere Körner vorliegen. Ferner besitzen carbonatisch verkittete Bestandteile evtl. eine von 2,65 g/cm^3 abweichende Dichte. Die Zerstörung der Carbonate ist in dieser Arbeitsanleitung verbindlich vorgeschrieben.
Eisen- und Manganoxide verkitten ebenfalls feinere Primärpartikel. Nach DIN ISO 11277 können sie mit Natriumdithionit und Essigsäure zerstört werden. Dieser Vorbehandlungsschritt wird in dieser Arbeitsanleitung nicht durchgeführt und ist daher hier nicht beschrieben.
Ein nicht zu korrigierender methodischer Fehler beruht in der Annahme, dass die Einzelkörner die Form idealer Kugeln besitzen und eine Dichte von 2,65 g/cm^3 aufweisen. Dieser Wert entspricht der mittleren Dichte von Quarz, dem quantitativ wichtigsten Mineral vieler Böden.

3. Geräte und Zubehör:

- Waage, Fehlergrenze 0,1 mg

1000 ml Becherglas und/oder 300 ml Weithals-Zentrifugenflaschen (Glas oder Polycarbonat)
Uhrengläser zum Abdecken der Bechergläser oder Verschlüsse für die Weithals-Zentrifugenflaschen
Rührstäbe, mit aufgestecktem Gummischaber
Wasserbad oder elektrische Wärmeplatte
Zentrifuge
Leitfähigkeitsmessgerät mit Fehlergrenze = 1 mS/m
Überkopf-Schüttelmaschine
1000 ml Sedimentationszylinder
Stoppuhr
700 bis 1000 ml Schüttelflaschen aus Glas
Prüfsiebe nach DIN ISO 3310-1 oder DIN ISO 565
- Maschenweite 0,63 mm
- Maschenweite 0,20 mm
- Maschenweite 0,063 mm
Auffangschale zu den Sieben
zu den Sieben passender Trichter
KÖHN-Pipette mit Führungsrahmen (siehe Anhang 1), Volumen 10 - 50 ml
Bechergläser / Tiegel o.ä. mit auf 0,1 mg bekannter Masse. (Das Volumen muss ca. dem 3-fachen Volumen der KÖHN-Pipette entsprechen; im folgenden „Bechergläschen“ genannt)
Abdampfschalen mit auf 1 mg bekannter Masse
Trockenschrank, thermostatistisch regelbar und mit Zwangsbelüftung
Exsikkator mit aktivem Trockenmittel

Anmerkung:
1. Die KÖHN-Pipette besitzt im Gegensatz zu einer üblichen Pipette am unteren Ende seitliche Öffnungen, um möglichst exakt die Suspension aus der geforderten Tiefe zu entnehmen (siehe Anhang 1).

4. Chemikalien:
destilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades (H_2O_{demin})
tetra-Natriumdiphosphat-Decahydrat p.a. (*tetra-Natriumpyrophosphat*)
($Na_4P_2O_7$ x $10H_2O$)
alternativ:
Natriumpolyphosphat (*Natriummetaphosphat, Grahamsches Salz*; $NaPO_3)_n$)
Natriumcarbonat (Na_2CO_3)
Wasserstoffperoxid (H_2O_2) technisch (30%)
Salzsäure (HCl) (37%, 12,1 mol/l) p.a.
2-Octanol z.S.

Anmerkung:
1. Anstelle von 2-Octanol kann auch ein anderes Mittel zur Schaumunterdrückung verwendet werden. Es sollte aber leicht flüchtig sein, damit es beim Auskochen des H_2O_2 mit entfernt wird. Auf keinen Fall sollen Mittel verwendet werden, die betäubend wirken. Silikonöle o.ä. sind ungeeignet.

5. Lösungen:

Dispergierungslösung I:	0,1 mol/l tetra-Natriumdiphosphat-Decahydrat-Lösung: 44,61 g $Na_4P_2O_7$ x $10H_2O$ werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst. Diese Lösung ist in dunklen Glasflaschen praktisch unbegrenzt haltbar.
Alternativ:	
Dispergierungslösung II:	33 g Natriumpolyphosphat ($(NaPO_3)_n$) und 7 g Natriumcarbonat ($NaCO_3$) werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst. Diese Lösung ist nicht unbegrenzt haltbar. In dunklen (Glas-) Flaschen und zusätzlichem Lichtschutz ist die Lösung ca. 1 Monat haltbar.
15 % H_2O_2-Lösung:	500 ml H_2O_2 30 % werden mit 500 ml H_2O_{demin} verdünnt. Diese Lösung verliert pro Tag ca. 5‰ H_2O_2. Lagerung in dunklen Kunststoffflaschen mit Überdruckventil.
1 mol/l HCl-Lösung:	83 ml HCl 37 % werden in 500 ml H_2O_{demin} gelöst und dann auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 oder A1.2.2 sowie A1.3.1

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an der im **HBU 5.1.1.1a** angegebenen Methode orientieren.

Anmerkung:

1. Vor der Durchführung der Korngrößenbestimmung sollten pH-Wert und der Gehalt an organischem Kohlenstoff bekannt sein. Der Carbonatgehalt ist zu bestimmen, wenn die Probe einen pH >6,2 (HFA A3.1.1.2) oder einen pH_{CaCl2} >6,0 (HFA A3.1.1.7) aufweist.

a.) Einwaage:

Die übliche Einwaage beträgt 10 g. Bei Proben, die einen Tongehalt >50 Masse-% aufweisen (Fingerprobe), kann die Einwaage auf bis zu 5 g reduziert werden. Weisen Proben einen sehr hohen Sandgehalt (>40 Masse-%) auf, ist eine Erhöhung der Einwaage auf bis zu 30 g möglich. Um eine ausreichende Menge mineralischer Partikel zu gewährleisten, ist bei einem hohen Gehalt an organischer Substanz die Erhöhung der Einwaage ebenfalls sinnvoll.
Die Einwaage ist mit einer Genauigkeit von =10 mg durchzuführen.
Die Einwaage erfolgt in die Gefäße, die für den nächsten Schritt benötigt werden.

b.) Vorbehandlung:

Enthalten Proben einen Gehalt an organischer Substanz von > 0,2 Masse-%, muss die organische Substanz mit der H_2O_2-Lösung zerstört werden.
Weist die Suspension eine elektrische Leitfähigkeit von > 40 mS/m (= 400 µS/cm) auf, sind lösliche Salze und Gips zu entfernen.
Die Entfernung von Carbonaten ist in dieser Arbeitsanleitung verbindlich vorgeschrieben. Nach E DIN ISO 11277 ist sie fakultativ. Die Zerstörung von Eisen- und Aluminiumoxiden ist bei der Untersuchung von Waldböden nicht vorgesehen.

b1.) Humuszerstörung:
Die Probe wird in ein 1 l Becherglas oder in großvolumige Zentrifugengläser eingewogen. Auf die Probe wird langsam 100 ml 15%ige H_2O_2-Lösung gegeben (siehe Anmerkungen). Mit einem Uhrglas zugedeckt wird das Gefäß geschwenkt. Anschließend bleibt die Probe mindestens 15 h lang stehen. Auf dem Wasserbad (ggf. elektrische Wärmeplatte) wird die Suspension bis zum leichten Sieden erhitzt und eingeengt (ohne Uhrglas). Wenn nach Augenschein die organische Substanz noch nicht zerstört ist, ist die Zugabe der H_2O_2-Lösung auf die abgekühlte Probe zu wiederholen. Die Zerstörung von Pflanzenrückständen u. ä. gilt als vollständig, wenn sie vollkommen entfärbt sind. Die Behandlung mit H_2O_2 ist spätestens nach 24 h abzubrechen. Durch Einengen und Erhitzen wird das überschüssige H_2O_2 ausgetrieben. Die Probe darf auf keinen Fall eintrocknen, da sie damit für die weitere Untersuchung unbrauchbar ist. Aus Gründen der Arbeitssicherheit wird empfohlen, nach erfolgter Humuszerstörung 2-mal etwas H_2O_{demin} zuzugeben und jeweils erneut einzuengen. Damit ist sichergestellt, dass i.d.R. keine relevanten Mengen an H_2O_2 in der Suspension verbleiben.
(Die Humuszerstörung ist im Prüfbericht zu protokollieren.)

Anmerkungen:
1. Bei stark hydrophoben Proben können ein paar Tropfen 2-Octanol die Benetzung fördern. 2-Octanol dient jedoch hauptsächlich zur Unterdrückung starker Schaumbildung. Hierfür sind nur einige Milliliter erforderlich.
2. Wenn leicht oxidierbare Substanzen wie z. B. Eisensulfid, reduzierte Manganverbindungen, sehr feine organische Substanz usw. vorliegen, kann es bei der Zugabe des H_2O_2 zu heftigen Reaktionen kommen. Zur Eindämmung der Schaumbildung siehe Anmerkung 1.
3. Es muss sichergestellt sein, dass überschüssiges H_2O_2 vollständig ausgetrieben ist. Verbleibt ein Rest H_2O_2 in der Probe, kann in den Schüttelflaschen so viel Druck entstehen, dass diese platzen!

b2.) Carbonatzerstörung:
Sofern Waldböden Carbonate enthalten, sind sie zu entfernen. Dies erfolgt gemäß DIN ISO 11277 nach der *Humuszerstörung (b1)*. Die Carbonate vor der organischen Substanz aus der Probe zu entfernen, ist ebenfalls zulässig.
Erfolgte die Humuszerstörung in Bechergläsern, wird mit Hilfe eines Glasstabes und aufgesetztem Gummischaber die Probe vom Rand und Boden des Becherglases gelöst. Probenmaterial, das am Uhrenglas haftet, wird ebenfalls abgerieben und mit etwas H_2O_{demin} in das Becherglas gespült. Danach wird die gesamte Probe mit etwas H_2O_{demin} quantitativ in ein Zentrifugenglas überführt.
Bei der Carbonatzerstörung wird 1 mol/l HCl verwendet. Der Säureüberschuss ist möglichst gering zu halten. Bei einer Einwaage von 10 g erhält jede carbonathaltige Probe 25 ml 1 mol/l HCl. Liegt der Carbonatgehalt > 2 Masse-%, wird das Volumen der 1 mol/l HCl für jedes Masse-% Carbonat um weitere 4 ml erhöht. Bei abweichenden Einwaagen muss das notwendige HCl-Volumen entsprechend angepasst werden.
Nachdem die Probe mit der entsprechenden Menge HCl versetzt ist, wird mit ca. 250 ml H_2O_{demin} aufgefüllt. Die Suspension ist nun im Wasserbad / Wärmeplatte für 15 min auf ca. 80°C zu erwärmen und mehrmals umzurühren. Nach 15 min bzw.

dem Abklingen der sichtbaren Reaktion wird die Probe vom Wasserbad genommen und über Nacht stehen gelassen. Sollte sich ein vollkommen klarer Überstand gebildet haben, kann dieser abgenommen oder dekantiert werden. Ansonsten ist die Probe zu zentrifugieren. Das Waschen mit H_2O_{demin} ist so lange zu wiederholen, bis die elektrische Leitfähigkeit im klaren Überstand < 40 mS/m (= 400 µS/cm) ist. Damit ist nicht nur die Säure ausgewaschen, sondern es sind auch lösliche Salze und Gips in ausreichendem Maß entfernt.
(Die Carbonatzerstörung ist im Prüfbericht zu protokollieren.)

Anmerkungen:
1. In carbonatarmen Proben kann so wenig Calcium in der Lösung sein, dass die Flockung ungenügend ist. DIN ISO 11277 empfiehlt dann den Zusatz von 20 ml 1 mol/l $CaCl_2$-Lösung.
2. Die Carbonatzerstörung ist für die *Bodenzustanderhebung im Wald* (BZE II) verbindlich vorgeschrieben.
3. Nach DIN ISO 11277 ist das Entfernen der Carbonate bei der Bestimmung der Partikelgrößenverteilung kein Routineverfahren.

<u>b3.) Entfernen der löslichen Salze und von Gips:</u>
Erfolgte die Humuszerstörung in Bechergläsern, wird die gesamte Probe, wie in b2 beschrieben, quantitativ in ein Zentrifugenglas überführt.
Die Probe soll im Verhältnis 1:4 bis 1:6 mit H_2O_{demin} vermischt sein. Sollte eine Vorbehandlung (Humuszerstörung, Carbonatentfernung) nicht erforderlich sein, erfolgt dieser Arbeitsschritt ggf. mit der Originalprobe. Nach intensivem manuellem Schütteln wird die Suspension 1 h auf der Überkopfschüttelmaschine weiter durchmischt. Anschließend wird zentrifugiert und die elektrische Leitfähigkeit (E_c) im klaren Überstand gemessen. Beträgt die E_c > 40 mS/m (= 400 µS/cm), ist der Gehalt an löslichen Salzen und Gips so hoch, dass sie entfernt werden müssen. Hierfür wird die überstehende Flüssigkeit abgesaugt. Auf den Rückstand werden erneut 250 ml H_2O_{demin} gegeben, wieder 1 h geschüttelt, zentrifugiert und eine weitere E_c-Messung durchgeführt. Sollte die E_c immer noch > 40 mS/m (= 400 µS/cm) liegen, ist dieser Vorgang so lange zu wiederholen, bis dieser Schwellenwert unterschritten wird.
Über die Auswaschung ist ein Protokoll zu führen. Sie muss im Abschlussbericht erwähnt werden.

Anmerkung:
1. Evtl. ist es sinnvoll, einen Vortest zur Lf-Bestimmung in 100 ml PE-Flaschen durchzuführen. Das Verhältnis Boden zu Wasser soll auch hier 1:4 bis 1:6 betragen. Wird ein pH_{H20} mit diesem Mischungsverhältnis (z. B. HFA 3.1.1.2) gemessen, kann diese Suspension dazu verwendet werden.

<u>c.) Dispergierung:</u>
Nicht vorbehandelte Proben werden direkt in Schüttelflaschen eingewogen. Mit einer 25 ml Vollpipette wird das Dispergierungsmittel zugeben. Zur guten Benetzung der Probe wird die Flasche intensiv geschwenkt. Nach ca. 15 min wird nochmals geschwenkt und anschließend mit ca. 200 ml H_2O_{demin} aufgefüllt.
Proben, die sich in Zentrifugengefäßen befinden, werden unter Zusatz von 25 ml Dispergierungsmittel und H_2O_{demin} quantitativ in Schüttelflaschen überführt. Groß-

volumige Zentrifugengefäße aus Glas können auch direkt als Schüttelflasche verwendet werden. Dann werden dem Bodensatz mit einer Vollpipette 25 ml des Dispergierungsmittels zugesetzt und gründlich vermischt. Nach 15 min und nochmaligem Vermischen wird mit H_2O_{demin} auf ca. 200 ml aufgefüllt. In dem Gefäß muss unbedingt noch so viel Volumen frei bleiben, dass sich die Probe auf der Überkopfschüttelmaschine gründlich vermischt.
Die Probengefäße werden dicht verschlossen und in eine Überkopfschüttelmaschine eingespannt. Die Drehzahl ist so zu wählen, dass bei jeder Umdrehung eine vollständige Durchmischung gewährleistet ist. 50 - 80 U/min haben sich als geeignet erwiesen. Die Proben werden 12 – 18 h geschüttelt.
(Im Prüfbericht ist zu vermerken, welches Dispergierungsmittel verwendet wurde.)

Anmerkungen:

1. Proben mit einem geschätzten Tongehalt von >65 Masse-% ("reiner Ton" gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung), die trotz normgerechter Vorbehandlung nachweislich nicht vollständig dispergieren, können bei einer Wiederholung zusätzlich mit Ultraschall behandelt werden. Eine unvollständige Dispergierung kann z.B. durch den Nachweis von Tonklümpchen in der Siebfraktion belegt werden. Ein Hinweis darauf ist auch anhaftendes Probenmaterial an der Schüttelflasche nach erfolgtem Schütteln. In diesen Fällen ist vor dem Schütteln eine 10 min Behandlung im Ultraschallbad zu empfehlen. In mitteleuropäischen Böden treten solche Probleme vorrangig bei hohem Anteil präquartärer Tone auf. Da die Ultraschallbehandlung nicht der DIN-Norm entspricht, ist sie im Prüfbericht zu vermerken
2. Auch in großvolumigen Zentrifugengefäßen wird häufig nicht genügend Freivolumen vorhanden sein, um eine freie Bewegung der Suspension zu gewährleisten. In diesen Fällen ist die Suspension quantitativ in Schüttelflaschen zu überführen. Glasflaschen mit einem Volumen von 0,7-1,0 l haben sich in der Praxis bewährt.

d.) Sedimentation:

An einem Stativ wird über den Sedimentationszylinder ein Trichter mit einem Prüfsieb (Maschenweite 0,063 mm) montiert. Unmittelbar nach dem Schütteln wird der Inhalt der Schüttelflasche über das Prüfsieb quantitativ in den Sedimentationszylinder überführt. Das Prüfsieb wird vom Trichter genommen, gründlich nachgewaschen, und der Siebrückstand wird quantitativ in eine Abdampfschale gespült. Die Trocknung des Siebrückstandes erfolgt bei 105 – 110°C. Die weitere Fraktionierung des Sandes ist in Absatz *e.)* beschrieben.
Der Sedimentationszylinder wird mit H_2O_{demin} auf 1000 ml aufgefüllt und mit einem Stopfen verschlossen.
Um stabile thermische Bedingungen während der gesamten Sedimentation zu gewährleisten, sollten das zur Bestimmung benötigte H_2O_{demin} und die Schüttelmaschine in jenem Raum stehen, in dem die Analyse stattfindet. Ferner ist sicher zu stellen, dass die Raumtemperatur weitgehend stabil ist. Direkte Sonneneinstrahlung ist unbedingt zu vermeiden.
Durch mehrfaches manuelles "Auf-den-Kopf-Stellen" (ca. 30 s lang) des Sedimentationszylinders wird die Suspension homogenisiert. In dem Moment, in dem der

Sedimentationszylinder gestellt wird, beginnt die Sedimentationszeit (siehe Anhang 2). Der Stopfen muss erschütterungsfrei abgenommen werden.
Etwa 1 min vor Ablauf der jeweiligen Sedimentationszeit (siehe Tab. 3) wird die KÖHN-Pipette mit geschlossenem Hahn so weit in den Sedimentationszylinder geführt, dass die Öffnungen der Pipette die Flüssigkeitsoberfläche berühren.
Kurz vor dem Pipettieren wird die geschlossene KÖHN-Pipette bis zur jeweils erforderlichen Tiefe eingetaucht. Dieser Vorgang muss langsam und ohne Erschütterungen erfolgen. Unmittelbar vor Ablauf der Sedimentationszeit wird der Hahn geöffnet. Ist die Sedimentationszeit erreicht, wird langsam und gleichmäßig die Suspension binnen etwa 10 s angesaugt. Ist die KÖHN-Pipette bis über den Hahn gefüllt, wird der Hahn geschlossen und die überschüssige Suspension läuft ab. Die KÖHN-Pipette wird aus der Suspension gehoben und neben den Sedimentationszylinder gefahren. Der Überlauf wird mit H_2O_{demin} gespült und der aussen an der Pipettenspitze hängende Tropfen abgetupft. Die in der Pipette befindliche Bodensuspension wird in ein Becherglas, dessen Gewicht exakt bekannt ist (auf 0,1 mg genau), quantitativ überführt. Die Pipette wird 2-mal kurz mit H_2O_{demin} gespült, das ebenfalls im Bechergläschen aufgefangen wird. Die Bodensuspension wird mit dem Bechergläschen bei 105 – 110°C im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

Anmerkungen:

1. Um thermokonstante Bedingungen zu gewährleisten, können die Sedimentationszylinder auch in einem temperierten Wasserbad stehen.
2. Das exakte Volumen der verwendeten Pipette muss bekannt sein. Zur Bestimmung wird H_2O_{demin} von 20°C angesaugt. Spülen, Ablassen und Abtupfen der Pipette erfolgt wie bei der normalen Benutzung mit Suspension. Das H_2O_{demin} wird in ein tariertes Wägeglas abgelassen. Das Wägeglas wird sofort (Verdunstung) auf 0,01 g genau ausgewogen. Der Vorgang wird mindestens 3-mal durchgeführt und die Abweichung der Massen sollte kleiner 0,05 g sein. Der Mittelwert wird als Volumen der Pipette in ml notiert und für die späteren Rechnungen verwendet.
   Bei wesentlich von 20°C abweichenden Temperaturen muss eine Dichtekorrektur berechnet werden.

e.) Siebung:

Die Fraktionierung des getrockneten und abgekühlten Siebrückstandes (Sandfraktion) erfolgt durch Sieben mit einer Maschenweite von 0,63 und 0,20 mm. In der unter den Sieben befindlichen Auffangschalen sammelt sich der Feinsand (0,063 - 0,20 mm). Der Siebrückstand der einzelnen Sandfraktionen wird in Gefäße mit einer auf 1 mg bekannten Masse überführt. Bewährt haben sich hierfür Abdampfschalen.

f.) Auswiegen:

Die Trocknung der bei der Sedimentation gewonnenen Fraktionen bis zur Gewichtskonstanz dauert bei einem Volumen von ca. 20 ml in Trockenschränken mit Belüftung erfahrungsgemäß nicht länger als 12 h. Die Abkühlung auf Wägeraumtemperatur (!) muss im Exsikkator erfolgen. Das Auswiegen der Bechergläschen erfolgt an einer Analysenwaage auf 0,1 mg genau. Um die Aufnahme von Luftfeuchtigkeit zu minimieren, werden für das Wiegen immer nur wenige Gläschen aus dem

Exsikkator genommen. Nach dem Wiegen sollten die Bechergläschen möglichst rasch wieder in den Exsikkator gestellt werden. Dies ermöglicht eine evtl. erforderliche Kontrolle der Massen.
Die Abdampfschalen mit den Sandfraktionen müssen nicht im Exsikkator stehen. Beim Auswiegen dieser Fraktionen genügt eine Genauigkeit von 10 mg.

g.) Auswertung:
In der Regel wird die Probe vor der Fraktionierung einer Vorbehandlung unterzogen. Dies führt zu einer Verringerung der eingewogenen Masse.
Die DIN ISO 11277 verwendet als Probeneinwaage die Summe der Teilfraktionen. Dies setzt voraus, dass alle Fraktionen bestimmt wurden und dass bei keinem der Arbeitsschritte merkliche Verluste aufgetreten sind.
Alternativ können an einer Parallelprobe alle Vorbereitungsschritte durchgeführt werden. Diese Probe ist bei 105 – 110°C bis zur Gewichtskonstanz zu trocknen, auf Wägeraumtemperatur abzukühlen und deren Masse zu bestimmen. Diese Masse kann ebenfalls als Probeneinwaage verwendet werden.
Sofern die Entfernung löslicher Salze und Gips nicht erforderlich ist, kann die Probenmasse auch um den vorher bekannten Gehalt an organischer Substanz und ggf. um den Carbonatgehalt korrigiert werden.
Die Netto-Auswaagen in den Gefäßen der Pipettfraktionen enthalten:

< 0,063 mm	(gU+mU+fU+T+ Dispergierungsmittel)
< 0,02 mm	(mU+fU+T+ Dispergierungsmittel)
< 0,0063 mm	(fU+ T + Dispergierungsmittel)
< 0,002 mm	(T+ Dispergierungsmittel)

Bei der Berechnung der Tonfraktion muss von der Netto-Auswaage die Masse des Dispergierungsmittels subtrahiert werden. Bei den größeren Fraktionen wird von deren Netto-Auswaage die Netto-Auswaage der jeweils nächst kleineren Fraktion abgezogen, da beim Pipettieren der bei kürzeren Fallzeiten entnommenen Fraktionen auch das Material mit kleinerer Partikelgröße miterfasst wird.
Weil bei der Pipettierung nur ein Aliquot entnommen wird, muss das Suspensions- und Pipettvolumen berücksichtigt werden. Hierfür werden die für die einzelnen Kornfraktionen ermittelten Massen mit dem Faktor (Suspensionsvolumen [ml] / Pipettvolumen [ml]) multipliziert, um die Anteile der Kornfraktionen in der gesamten Bodenprobe zu erhalten.
Abschließend muss die tatsächliche Masse der Gesamtprobe berücksichtigt werden. Das Ergebnis wird in Masse-% dargestellt.
(In Anhang 3 ist eine Beispielberechnung wiedergegeben.)
Die einzelnen Kornfraktionen werden addiert (Gewichtsanteil oder Masse-%). Das Ergebnis sollte idealerweise dem Gewicht der Trockensubstanz der Gesamtprobe oder 100% entsprechen. Beträgt die Abweichung >10%, ist die Analyse zu wiederholen. Liegt die Abweichung =10%, wird die Differenz anteilsmäßig auf alle Kornfraktionen verteilt.
Falls eine Doppelbestimmung erfolgt, kann auf die Bestimmung des Grobschluffes verzichtet werden. Den Grobschluffgehalt erhält man, in dem man die Ergebnisse der übrigen Fraktionen von 100 subtrahiert. Da alle analytischen Fehler durch diese Berechnungsart in der Grobschlufffraktion enthalten sind, dürfen die Unterschiede bei der Doppelbestimmung für die Grobschlufffraktion nicht größer als 10% relativ sein.

(Im Abschlussbericht ist zu vermerken, welche Berechnungsmethode angewandt wurde.)

Anmerkungen:

1. Die organische Substanz des Mineralbodens enthält im Mittel 58 % C. Gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung (2005) kann durch Multiplikation des Gehaltes an organischem Kohlenstoff mit dem Faktor 1,72 näherungsweise die Masse der organischen Substanz im Mineralboden berechnet werden.
2. Die Rückstandsmasse des verwendeten Dispergierungsmittels wird wie folgt ermittelt:
   In einen leeren Sedimentationszylinder wird das verwendete Volumen des verwendeten Dispergierungsmittels pipettiert, auf das Nennvolumen mit H_2O_{demin} aufgefüllt und gründlich geschüttelt. Es werden mindestens 3 Aliquote mit der KÖHN-Pipette entnommen und in Gefäße entleert, deren Gewicht auf 0,1 mg bekannt sind. Die Gefäße werden im Trockenschrank bei 105 -110°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet. Danach erfolgt die Abkühlung auf Raumtemperatur im Exsikkator. Der Trockenrückstand wird auf 0,1 mg genau ausgewogen. Die Differenz der Bestimmungen sollte = 0,5 mg sein. Die mittlere Masse wird notiert und für die späteren Berechnungen verwendet. Die Ermittlung der Masse sollte bei jedem neuen Ansatz des Dispergierungsmittels erfolgen.
   Zur Kontrolle bzw. alternativ kann der erwartete Trockenrückstand auch berechnet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) Der Normentwurf E DIN ISO 11277 (1994) wurde als Ersatz für die DIN 19683 Teil 2 vorgesehen. Beide Normen sind der BBodSchV zitiert. 2002 wurde die korrigierte Norm DIN ISO 11277 veröffentlicht. Neben dem Sieb- und Pipettverfahren beschreibt die Norm auch das für die Untersuchung von Waldböden hier nicht zugelassene Aräometerverfahren.

9. Literatur:

1. Ad-hoc-AG Boden (2005): Bodenkundliche Kartieranleitung.- 5. Aufl., 438 S., 41 Abb. 103 Tab.; Hannover.
2. DIN 19683-2, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1973): Bestimmung der Korngrößenzusammensetzung nach Vorbehandlung mit Natriumpyrophosphat.
3. DIN ISO 3310-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001),: Analysensiebe - Technische Anforderungen und Prüfung - Teil 1: Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe (ISO 3310-1:2000).
4. DIN ISO 565, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): Analysensiebe - Metalldrahtgewebe, Lochplatten und elektrogeformte Siebfolien - Nennöffnungsweiten (ISO 565:1990).
5. DIN ISO 11265, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997) Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit.
6. DIN ISO 11277, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002) Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Partikelgrößenverteilung in Mineralböden - Verfahren mittels Siebung und Sedimentation.

7. Utermann, J. [Koord.], Gorny, A., Hauenstein, M., Malessa, V., Müller, U., Scheffer, B. (2000): Labormethoden-Dokumentation, Geol. Jb., Reihe G, H. 8, 215 S.; Hannover.

ANHANG 1

Beschreibung der Apparatur mit Köhn-Pipette:

Die KÖHN-Pipette (Abb. 1) besitzt im Gegensatz zu einer üblichen Pipette am unteren Ende seitliche Öffnungen, um möglichst exakt die Suspension aus der geforderten Tiefe zu entnehmen (siehe Abb. 2).

Abb. 1: KÖHN-Pipette

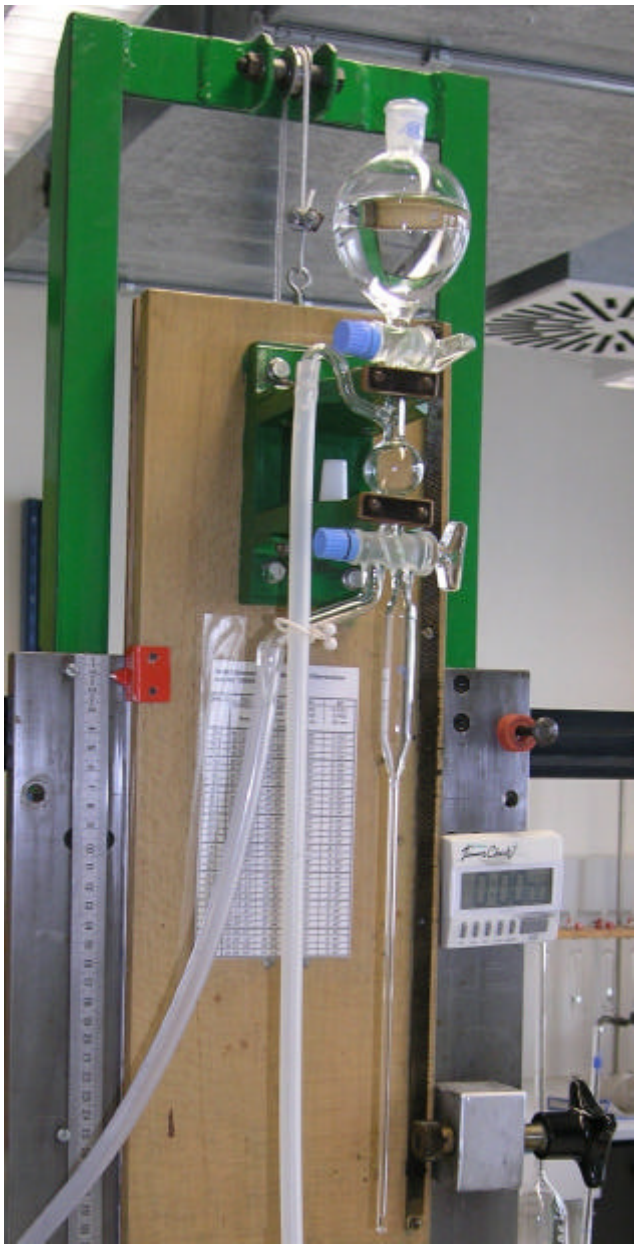
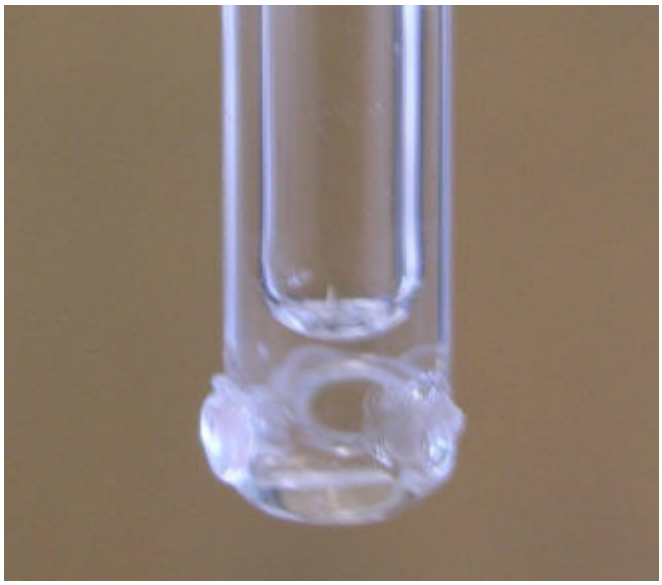


Abb. 2: Spitze der Köhn-Pipette



ANHANG 2

Fallzeiten bei der Korngrößenanalyse

Äquivalent-durchmesser	Ton <0.002mm		fU 0.002-0.0063mm	mU 0.0063-0.020mm	gU 0.020-0.063mm
Eintauchtiefe	**5cm**	**10 cm**	**10 cm**	**10 cm**	**20 cm**
Temp °C					
16.0	4h 17' 15"	8h 34' 30"	51' 51"	5' 09"	1' 02"
16.5	4h 13' 58"	8h 27' 57"	51' 11"	5' 05"	1' 01"
17.0	4h 10' 40"	8h 21' 20"	50' 32"	5' 01"	1' 01"
17.5	4h 07' 33"	8h 15' 07"	49' 54"	4' 57"	1' 00"
18.0	4h 04' 25"	8h 08' 50"	49' 16"	4' 53"	0' 59"
18.5	4h 01' 24"	8h 02' 47"	48' 39"	4' 50"	0' 58"
19.0	3h 58' 22"	7h 56' 45"	48' 03"	4' 46"	0' 58"
19.5	3h 55' 29"	7h 50' 58"	47' 28"	4' 43"	0' 57"
20.0	3h 52' 35"	7h 45' 10"	46' 53"	4' 39"	0' 56"
20.5	3h 50' 00"	7h 40' 00"	46' 22"	4' 36"	0' 56"
21.0	3h 47' 25"	7h 34' 50"	45' 50"	4' 33"	0' 55"
21.5	3h 44' 50"	7h 29' 40"	45' 19"	4' 30"	0' 54"
22.0	3h 42' 15"	7h 24' 30"	44' 48"	4' 27"	0' 54"
22.5	3h 39' 40"	7h 19' 20"	44' 17"	4' 24"	0' 53"
23.0	3h 37' 05"	7h 14' 10"	43' 45"	4' 20"	0' 53"
23.5	3h 34' 30"	7h 09' 00"	43' 14"	4' 17"	0' 52"
24.0	3h 31' 55"	7h 03' 50"	42' 43"	4' 14"	0' 51"
24.5	3h 29' 20"	6h 58' 40"	42' 12"	4' 11"	0' 51"
25.0	3h 26' 41"	6h 53' 21"	41' 39"	4' 08"	0' 50"
25.5	3h 24' 31"	6h 49' 01"	41' 13"	4' 05"	0' 49"
26.0	3h 22' 21"	6h 44' 41"	40' 47"	4' 03"	0' 49"
26.5	3h 20' 11"	6h 40' 21"	40' 21"	4' 00"	0' 48"
27.0	3h 18' 01"	6h 36' 02"	39' 55"	3' 58"	0' 48"
27.5	3h 15' 51"	6h 31' 41"	39' 28"	3' 55"	0' 47"
28.0	3h 13' 41"	6h 27' 21"	39' 02"	3' 52"	0' 47"
28.5	3h 11' 31"	6h 23' 01"	38' 36"	3' 50"	0' 46"
29.0	3h 09' 21"	6h 18' 41"	38' 10"	3' 47"	0' 46"
29.5	3h 07' 11"	6h 14' 22"	37' 44"	3' 45"	0' 45"
30.0	3h 05' 01"	6h 10' 02"	37' 18"	3' 42"	0' 45"
30.5	3h 03' 12"	6h 06' 23"	36' 56"	3' 40"	0' 44"
31.0	3h 01' 23"	6h 02' 45"	36' 34"	3' 38"	0' 44"
31.5	2h 59' 33"	5h 59' 07"	36' 12"	3' 35"	0' 43"
32.0	2h 57' 44"	5h 55' 29"	35' 50"	3' 33"	0' 43"

Anmerkung:

1. Gegenüber der DIN ISO 11277 (Tab. 3, S. 16) weichen die Angaben in der vorliegenden Tabelle insbesondere bei der Fraktion Feinschluff (fU) um bis zu 10%

ab. Die Unterschiede gegenüber DIN ISO 11277 beruhen in erster Linie in den verwendeten Nachkommastellen des Korndurchmessers. In der hier abgebildeten Tabelle wurde für die Fraktion Feinschluff gemäß Bodenkundlicher Kartieranleitung (2005) von einem Äquivalentdurchmesser von 0,0063 mm (6,3 µm) ausgegangen. Die Berechnung in der DIN ISO 11277 erfolgte hingegen mit einem Äquivalentdurchmesser von 0,006 mm (6,0 µm).
Bei der DIN ISO 11277 wird die Dichte des Wassers pauschal mit 1 g/cm^3 angesetzt, während die vorliegende Fallzeiten-Tabelle die temperaturspezifische Dichte des Wassers berücksichtigt. Daraus ergeben sich auch bei den übrigen Kornfraktionen kleinere Abweichungen, die aber weniger als 0,2% betragen. Dies dürfte gegenüber anderen potentiellen Fehlerquellen, wie z.B. unpräzise Eintauchtiefe, keinen wesentlichen Einfluß auf das Ergebnis haben

1. Beispielberechnung der Fallzeit:

Sinkgeschwindigkeit in cm/s:

$$\frac{(\text{Korndurchmesser (in cm)})^2 \times (\text{Korn-Dichte (g/cm}^3) - \text{Flüssigkeits-Dichte (g/cm}^3)) \times \text{Fallbeschleunigung (in cm/s}^2)}{18 \times \text{Viskosität des } H_2O}$$

Beispiel: 20°C; Feinschluff

$$\frac{0{,}00063^2 \times (2{,}65 - 0{,}998203) \times 981}{18 \times 0{,}01005}$$

Sinkgeschwindigkeit in cm/s = 0,003555

Für 10 cm benötigt ein Korn mit einem Äquivalentdurchmesser von 0,0063 mm demnach 2813 sec (10/0,003555) (= 46 min 53 sec)

ANHANG 3

Beispielrechnung:
10,0000 g Einwaage, 2,5 Masse-% org. Substanz, 1 Masse-% Wassergehalt des lufttrockenen Bodens.
Tatsächliche Einwaage und Bezugsgröße für die Berechnungen ist 9,65 g, d.h. 100% der Trockensubstanz der humusfreien Bodenprobe wiegt 9,65 g.

Tab. 1 Berechnung der Sieb-(Sand-)fraktion (0,063 – 2,000 mm)

	fS	**mS**	**gS**
Äquivalentdurchmesser	0,063-0,2mm	0,2-0,63mm	0,63–2,0mm
1. Brutto-Auswaage [g]	17,9604	16,2171	14,9204
2. Taragewicht [g]	-17,5424	-15,8063	-14,7283
3. Gewichtsanteil an der Gesamtprobe [g]	0,4180	0,4108	0,1921
4. Anteil an der Gesamtprobe [Gew.%]	**4,3**	**4,3**	**2,0**

zu 1. Auswaage = Taragewicht und Probenmaterial
zu 2. Taragewicht = Leergewicht des Porzellantiegels
zu 3. Netto-Auswaage = Brutto-Auswaage minus Taragewicht
zu 4. Die Angabe erfolgt in Gew.%. Hierfür muss die Einwaage berücksichtigt werden (100* Gewicht der Fraktion (3.)/Gewicht der Trockenmasse).

Tab. 2 Berechnung der Pipettfraktion (<0,063)

	Ton	**fU**	**mU**	**gU**
Äquivalentdurchmesser	<0,002mm	0,002-0,0063mm	0,0063-0,020mm	0,020-0,063mm
1. Brutto-Auswaage [g]	17,8956	19,9965	23,6256	20,4093
2. Taragewicht [g]	-17,8720	-19,9431	-23,5400	-20,3164
3. Netto-Auswaage [g]	0,0236	0,0534	0,0856	0,0929
4. Korrektur [g]	-0,0066	-0,0236	-0,0534	-0,0856
5.	0,0170	0,0298	0,0322	0,0073
6. Gewichtsanteil an der Gesamtprobe [g]	1,70	2,98	3,22	0,73
7. Anteil an der Gesamtprobe [Gew.%]	**17,6**	**30,9**	**33,4**	**7,5**

Die vorliegende Berechnung geht von einem Volumen der Pipette von exakt 10 ml und 1000 ml Bodensuspension aus. Abweichende Volumina müssen entsprechend korrigiert werden.
zu 1. Auswaage = Taragewicht und Probenmaterial
zu 2. Taragewicht = Leergewicht des Bechergläschen
zu 3. Netto-Auswaage = Brutto-Auswaage minus Taragewicht
zu 4. Korrektur = von der Netto-Auswaage wird der Gewichtsanteil des Dispergierungsmittels (hier 0,1 m tetra-Natriumdiphosphat) bzw. das Gewicht der Netto-Auswaage der nächst kleineren Fraktion subtrahiert, um die beim Pipettieren ebenfalls erfaßte(n) kleinere(n) Fraktion(en) und das Dispergierungsmittel zu berücksichtigen.
zu 6. Durch das Pipettieren wurde ein Aliquot von 10 ml aus der 1000 ml Bodensuspension entnommen. Die ermittelten Werte werden daher mit 100 multipliziert, um die Werte auf die gesamte Probe beziehen zu können.
zu 7. Die Angabe erfolgt in Gew.%. Hierfür muss die Einwaage berücksichtigt werden (100* Gewicht der Fraktion (6.)/Gewicht der Trockenmasse).

Humus	Auflagehumusvorrat und Vorrat des org. Rückstands > 2 cm (BZE 2)	BZE (2) Level I+II (2)

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die auf einer definierten Fläche genommene Auflagehumusprobe wird getrocknet, die Fraktion > 2 cm abgesiebt oder aussortiert und die beiden Teilproben gewogen.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Stechzylinder oder Stechrahmen
Trockenschrank
ev. Metall- oder Kunststoffsieb, 20 mm
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methode A1.2.1

7. Durchführung:

a.) Trocknen, Sieben/Aussortieren und Wiegen des Auflagehumus:

Die möglichst mit einem großen Stechzylinder oder Stechrahmen auf einer definierten Fläche genommene Auflagehumusprobe (L-, Of- und Oh-Lage getrennt) wird bei 60 °C getrocknet und die Steine, falls vorhanden, aussortiert. Die organischen Teile > 2 cm werden von Hand aussortiert oder durch ein 20 mm Metall- oder Kunststoffsieb abgesiebt und auf 0,1 g genau gewogen.
Die verbleibende Auflagehumusprobe (< 2 cm) wird ebenfalls gewogen.

b.) Berechnung des Auflagehumusvorrats und des Vorrats an organischem Rückstand > 2 cm:

$$HV = \frac{HM * 100}{FLAUFL}$$

(HV = Auflagehumusvorrat (t/ha), HM = Masse der Auflagehumusprobe (g) (L-Lage; Of- und Oh-Lage getrennt; Trennung der Of- und der Oh-Lage nur, wenn die Oh-Lage mächtiger als 1 cm ist), FLAUFL = beprobte Fläche (cm^2)

Der gesamte Auflagehumusvorrat ergibt sich aus der Addition der Teilvorräte:
$HV_{ges} = HV_L + HV_{Of} + HV_{Oh}$

Der Vorrat an organischem Rückstand > 2 cm wird wie folgt ermittelt:

$$ORV = \frac{ORM * 100}{FLAUFL}$$

(ORV = Vorrat des organischen Rückstands > 2 cm (t/ha), ORM = Masse des org. Rückstands > 2 cm (g) FLAUFL = beprobte Fläche (cm^2)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

Boden	Trockenrohdichte des Mineralbodens (TRD_{ges})	BZE (2) Level I+II (2)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11 272	**HBU: 5.1.2.2a**	

1. Prinzip der Methode:

Bei der Bestimmung der Trockenrohdichte des Mineralbodens (TRD_{ges}) wird mit einem Stechzylinder im Feld eine volumengerechte Probe genommen. Durch Wiegen der Probe nach Trocknung bei 105 °C kann die Dichte des trockenen Mineralbodens bestimmt werden.

2. Störungen:

Bei sehr steinhaltigen Böden ist eine repräsentative Probenahme nur schwer oder gar nicht möglich.
Die Bestimmung der Trockenrohdichte ist fehlerhaft, wenn nennenswerte Anteile von Wurzeln in der Probe vorhanden sind. In diesen Fällen ist eine Korrektur des Volumens vorzunehmen.

3. Geräte und Zubehör:

Stechzylinder
Trockenschrank
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

---

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an DIN ISO 11 272 (**HBU 5.1.2.2a,** Trockenrohdichte) orientieren.
Die Stechzylinderprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.
Die Trockenrohdichte wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{ges} = \frac{M}{V}$$

TRD_{ges} = Trockenrohdichte des Mineralbodens (g/cm^3), M = Masse der bei 105 °C getr. Bodenprobe (g), V = Volumen der Probe (cm^3)

Anmerkungen:

1. Falls die Bodenprobe im Stechzylinder verbleibt, muss das Gewicht des Stechzylinders in Abzug gebracht werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. DIN ISO 11272, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockenrohdichte

Boden	Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) und Feinbodenvorrat (FBV)	BZE (2)
Norm: ---	**HBU: 5.1.2.2a**	

1. Prinzip der Methode:

Wenn der Boden grobbodenfrei ist oder der Grobboden-Anteil unter 5 % liegt, kann die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) der Trockenrohdichte des Gesamtbodens (TRD_{ges}) annähernd gleich gesetzt werden. Mit einem Stechzylinder wird im Feld eine volumengerechte Probe genommen. Durch Wiegen der Probe nach Trocknung bei 105 °C kann die Trockenrohdichte des Feinbodens bestimmt werden.
Bei Grobboden-Anteilen über 5 % muss der Feinboden-Anteil abgesiebt, gewogen und sein Volumen direkt oder indirekt über die Bestimmung des Grobboden-Volumens bestimmt werden. Des Weiteren muss die Dichte des Grobbodens (spezifisches Gewicht) bekannt sein oder ermittelt werden.
Bei Grobboden mit Anteilen der Fraktion > 20 mm ist eine repräsentative Probenahme mit Stechzylindern nicht mehr möglich. In diesen Fällen müssen die Grobboden-Fraktionen und –Anteile durch zusätzliche Probenahmen mit Spaten oder Schippe und/oder Schätzungen am Bodenprofil ermittelt werden.

2. Störungen:

Die Bestimmung der Trockenrohdichte des Feinbodens ist fehlerhaft, wenn neben Grobboden-Anteilen nennenswerte Anteile von Wurzeln in der Probe vorhanden sind. In diesen Fällen ist eine Korrektur vorzunehmen.

3. Geräte und Zubehör:

Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer, Rammkernsonde, AMS Core Sampler mit Liner u.ä.)
Spaten, Schippe
Trockenschrank
Metallsieb, 2 mm
Bodenmühle mit 2 mm Sieb
Metallsieb, 20 mm
Metallsieb, 63 mm
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

---

7. Durchführung:

Das Vorgehen soll sich an DIN ISO 11 272 (**HBU 5.1.2.2a,** Trockenrohdichte) orientieren.

7.1 Mineralboden ohne Grobboden-Anteil oder mit einem Anteil < 5 %:

Für diesen Fall gilt: $TRD_{ges} = TRD_{FB}$.

Die Mineralbodenprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.

Die Trockenrohdichte (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{ges}SZ}{V_{ges}SZ}$$

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100$$

wobei

FBV	Feinbodenvorrat (t/ha)
TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$M_{ges}SZ$	Masse der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$	Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]

Anmerkungen:

1. Falls die Bodenprobe im Stechzylinder verbleibt, muss das Gewicht des Stechzylinders in Abzug gebracht werden.

7.2 Mineralboden mit Grobboden-Anteilen, die repräsentativ mit Stechzylindern erfasst werden können (Steine < 20 mm):

Die Mineralbodenprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.

Anschließend wird die Probe mit einem 2 mm Metallsieb gesiebt und der Siebrückstand gewaschen, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftender Boden abzuspülen. Der gewaschene Siebrückstand (= Grobboden-Anteil) wird in ein Becherglas geschüttet, bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen.

Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{FB}SZ}{V_{FB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - V_{GB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB}}}$$

wobei

$M_{FB}SZ$ Masse des Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]

$V_{FB}SZ$ Volumen des ungestörten Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Bohrkern aus dem Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]

$M_{ges}SZ$ Masse der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]

$V_{ges}SZ$ Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]

$M_{GB}SZ$ Masse des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]

$V_{GB}SZ$ Volumen des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]

D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Der Feinbodenvorrat errechnet sich wie folgt:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times \left(1 - \frac{V_{GB}SZ}{V_{ges}SZ}\right) = TRD_{FB} \times d \times 100 \times \left(1 - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB} \times V_{ges}SZ}\right)$$

wobei

FBV Feinbodenvorrat (t/ha)

TRD_{FB} Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]

d Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]

$V_{GB}SZ$ Volumen des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]

$M_{GB}SZ$ Masse des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]

$V_{ges}SZ$ Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]

D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Anmerkungen:

1. Falls die Dichte des Grobbodens nicht bekannt ist, muss das Grobboden-Volumen durch Tauchwägung ermittelt werden.
2. Wenn die Stechzylinderprobe durch das Trocknen stark zusammen backt, kann es sinnvoll sein, die Probe mit einem Backenbrecher vor dem Sieben zu zerkleinern. Dafür sollten die großen Steine vorher aussortiert sein.
3. Bei nicht bindigen Böden (Sand) kann das Waschen und Trocknen der Steine entfallen.
4. Die Siebung der Mineralbodenprobe kann auch mit einer Bodenmühle erfolgen. In diesem Fall ist wie folgt vorzugehen: Bei der Bodenmühle die Boden-Auffangschublade unter dem Gerät befestigen, die Staubabsaugung einschalten und die trockene Stechzylinderprobe in den Einfülltrichter füllen, bis dieser maximal bis zum Rand gefüllt ist (maximale Füllmenge ca. 500 g). Danach Deckel

des Trichters schließen. Die Schaltuhren „high speed time“ und „low speed time“ einstellen (ca. 30 s und 15 s). Mühle durch Drücken der Starttaste in Betrieb setzen. Die Mühle läuft zunächst mit hoher Geschwindigkeit (high speed), um die Probe durch das Sieb zu bürsten und anschließend mit langsamer Geschwindigkeit (low speed), um Steine und nicht zerkleinertes Material in die Steinschublade auszukehren. Nach Stillstand der Mühle die Steine aus der Steinschublade entnehmen und auf ein 2 mm Sieb schütten. Die Bodenprobe aus der Boden-Auffangschublade auf ein 2 mm Metallsieb schütten und soviel Feinmaterial wie möglich absieben und verwerfen. Die Steine und den Siebrückstand mit warmem Wasser solange waschen, bis der anhaftende Boden vollständig entfernt ist. Die Steine in Bechergläser füllen und bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz trocknen. Die Steine auf 0,1 g genau wiegen.

7.3 Mineralboden mit Grobboden-Anteilen, die nicht repräsentativ mit Stechzylindern erfasst werden können (Steine > 20 mm):

7.3.1 Beprobung mit Stechzylinder, Schätzung des Grobbodenanteils > 20 mm am Profil

Die Mineralbodenprobe wird im Feld mit Stechzylindern aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Im Labor wird die Probe dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.
Anschließend wird die Probe mit einem 2 mm Metallsieb gesiebt und der Siebrückstand gewaschen, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftender Boden abzuspülen. Der gewaschene Siebrückstand (= Grobboden-Anteil) wird in ein Becherglas geschüttet, bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen. Danach wird der Siebrückstand mit einem 20 mm Sieb gesiebt und die Siebfraktion 2 – 20 mm gewogen.
Für den Grobbodenanteil> 20 mm muss eine Schätzung von der Profilaufnahme vorliegen.
Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{FB}SZ}{V_{FB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - V_{GB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB}}}$$

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times \left(1 - \frac{VAnt_{GB>20}PROF}{100} - \frac{M_{GB2-20}SZ}{D_{GB} \times V_{ges}SZ}\right)$$

wobei

FBV	Feinbodenvorrat [t/ha]
TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$VAnt_{GB>20}PROF$	Volumenanteil des Grobbodens der Fraktion > 20 mm nach Schätzung am Bodenprofil [Vol.-%]

$V_{ges}SZ$	Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]
$M_{GB2\text{-}20}SZ$	Masse des Grobbodens der Fraktion 2 – 20 mm in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Anmerkungen:
Siehe Abschnitt 7.2

7.3.2 Beprobung mit Stechzylinder und Schippe/Spaten, Schätzung des Grobbodenanteils > 63 mm am Profil:

Eine Mineralbodenprobe wird im Feld mit einem Stechzylinder aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden entnommen. Zusätzlich wird eine größere Probemenge, die repräsentativ für die Grobboden-Fraktion 2 – 63 mm sein muss, mit einer Schippe oder einem Spaten entnommen. Im Labor werden beide Proben dann bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen.
Anschließend wird die Stechzylinderprobe mit einem 2 mm Metallsieb gesiebt und der Siebrückstand gewaschen, um geklumptes Feinbodenmaterial aufzulösen und an den Steinen haftenden Boden abzuspülen. Der gewaschene Siebrückstand (= Grobboden-Anteil) wird in ein Becherglas geschüttet, bei 105 °C im Trockenschrank getrocknet und anschließend gewogen.
Die Spatenprobe wird ebenfalls bei 105°C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen. Die Spatenprobe wird dann mit einem 2 mm Sieb gesiebt und der Siebrückstand anschließend mit einem 63 mm Sieb. Die so erhaltene Grobboden-Fraktion 2 – 63 mm wird gewogen. Für den Grobbodenanteil > 63 mm muss eine Schätzung aus der Profilaufnahme vorliegen.
Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{FB}SZ}{V_{FB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - V_{GB}SZ} = \frac{M_{ges}SZ - M_{GB}SZ}{V_{ges}SZ - \frac{M_{GB}SZ}{D_{GB}}}$$

wobei

$M_{FB}SZ$	Masse des Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{FB}SZ$	Volumen des ungestörten Feinbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Bohrkern aus dem Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]
$M_{ges}SZ$	Masse der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SZ$	Volumen des Stechzylinders (bzw. Bohrkerns aus dem Wurzelbohrer etc.) [cm³]
$M_{GB}SZ$	Masse des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{GB}SZ$	Volumen des Grobbodens in der mittels Stechzylinder (bzw. Wurzelbohrer etc.) entnommenen Bodenprobe [cm³]

D_{GB} Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times ....$$

...

$$\times \left(1 - \frac{VAnt_{GB>63} PROF}{100} - \frac{M_{GB2-63} SCH}{D_{GB}} \times \frac{TRD_{FB}}{M_{ges} SCH - M_{GB2-63} SCH + TRD_{FB} \times \frac{M_{GB2-63} SCH}{D_{GB}}} \right)$$

wobei

FBV	Feinbodenvorrat [t/ha]
TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$VAnt_{GB>63}PROF$	Volumenanteil des Grobbodens der Fraktion > 63 mm nach Schätzung am Bodenprofil [Vol.-%]
$M_{GB2-63}SCH$	Masse des Grobbodens der Fraktion 2 mm – 63 mm in der Schippen-/Spatenprobe [cm³]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]
$M_{ges}SCH$	Masse der Schippen-/Spatenprobe [g]

Anmerkungen:
Siehe Abschnitt 7.2

7.3.3 Beprobung mit Stechkappen und Schippe/Spaten, Schätzung des Grobbodenanteils > 63 mm am Profil:

Mit Stechkappen oder Mini-Stechzylindern (n >= 5) werden aus dem ungestörten, natürlich gelagerten Boden mehrere Proben entnommen. Zusätzlich wird eine größere Probemenge, die repräsentativ für die Grobboden-Fraktion 2 – 63 mm sein muss, mit einer Schippe oder einem Spaten entnommen.
Im Labor werden die Stechkappen mit Inhalt bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und alle gemeinsam gewogen. Anschließend wird das Leergewicht der Stechkappen vom Gesamtgewicht abgezogen.
Die Spatenprobe wird bei 105 °C mindestens 16 Stunden bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und gewogen. Anschließend wird die Probe mit einem 2 mm Sieb gesiebt und der Siebrückstand anschließend mit einem 6.3 mm Sieb. Der Siebrückstand wird dann noch mit einem 63 mm Sieb gesiebt. Die erhaltenen Fraktionen < 2 mm, 2 – 6.3 mm und 6.3 – 63 mm werden gewogen.

Aus dem Gewicht der Probe < 6.3 mm und dem Gewicht der Grobbodenfraktion 2 mm – 6.3 mm kann Faktor f, welcher näherungsweise den Grobbodenanteil in der Stechkappe wiedergibt, wie folgt berechnet werden:

$$f = \frac{M_{GB2-6.3}SCH}{M_{GB<6.3}SCH}$$

wobei

$M_{GB2-6.3}SCH$	Masse der Fraktion 2 mm – 6.3 mm eines Aliquots der Schippen-/Spatenprobe [g]
$M_{GB<6.3}SCH$	Masse der Fraktion < 6.3 mm in diesem Aliquot der Schippen-/Spatenprobe [g]

Für den Grobbodenanteil > 63 mm muss eine Schätzung aus der Profilaufnahme vorliegen.
Die Trockenrohdichte des Feinbodens (TRD_{FB}) wird auf 2 Dezimalstellen nach folgender Formel berechnet:

$$TRD_{FB} = \frac{M_{ges}SK \times (1 - f)}{V_{ges}SK - \frac{M_{ges}SK \times f}{D_{GB}}}$$

wobei

$M_{ges}SK$	Masse der mittels Stechkappe entnommenen Bodenprobe [g]
$V_{ges}SK$	Volumen der Stechkappes [cm³]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]

Der Feinboden-Vorrat (FBV) wird nach folgender Formel berechnet:

$$FBV = TRD_{FB} \times d \times 100 \times .$$

...

$$\times \left(1 - \frac{VAnt_{GB>63}PROF}{100} - \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}} \times \frac{TRD_{FB}}{M_{ges}SCH - M_{GB2-63}SCH + TRD_{FB} \times \frac{M_{GB2-63}SCH}{D_{GB}}} \right)$$

wobei

TRD_{FB}	Trockenrohdichte des Feinbodens [g/cm³]
d	Mächtigkeit der Tiefenstufe [cm]
$VAnt_{GB>63}PROF$	Volumenanteil des Grobbodens der Fraktion > 63 mm nach Schätzung am Bodenprofil [Vol.-%]
$M_{ges}SCH$	Masse der Schippen-/Spatenprobe [g]
D_{GB}	Dichte des Grobbodens [g/cm³]
$M_{GB2-63}SCH$	Masse des Grobbodens der Fraktion 2 mm – 63 mm in der Schippen-/Spatenprobe [cm³]

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. DIN ISO 11272, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockenrohdichte

Boden Humus	Teil A3.1: Bodenazidität	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	pH-Wert im Humus/Boden	BZE Level I+II Länder

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Die Aktivität der Wasserstoffionen ist auf Grund von Ionenwechselwirkungen etwas geringer als deren Konzentration. Für den Zusammenhang zwischen Wasserstoffionen-Konzentration (mol/l) und -Aktivität gilt:

$$a(H^+) = f * c(H^+)$$

Der Aktivitätskoeffizient f ist abhängig von der Ionenstärke der Messlösung und kann theoretisch mit Hilfe von verschiedenen Gleichungen (nach Debye-Hückel oder Davies) bei Kenntnis der ionaren Zusammensetzung der Lösung berechnet werden.

Bei Vergleichen von pH-Werten von Humus- oder Bodensuspensionen mit Wasser oder Salzlösungen wurden diese in der Regel mit ionenaktivitätssensitiven Glaselektroden gemessen. Umrechnungen sind daher in der Regel nicht erforderlich.

Ionenstärke-Unterschiede zwischen Lösungen mit bekannten pH-Werten und den Messlösungen wirken sich jedoch auf die Kalibrierung des aus Referenz- und Glaselektrode (oder der Kombination beider in so genannten Einstab-Messketten) bestehenden Messsystems aus. Es wird davon ausgegangen, das Unterschiede zwischen den Ionenstärken handelsüblicher Standard-Pufferlösungen zur Kalibrierung des Messsystems und Bodenextrakten zu vernachlässigen sind.

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer Salzlösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte Salz-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

Die pH-Absenkung ist abhängig von der Salzlösungskonzentration und der Art des Salzkations.
Es gilt in der Regel: $pH(H_2O) > pH(0{,}01\ M\ CaCl_2) > pH(1M\ KCl)$

Boden Humus	pH-Wert in H_2O (pH BZE 1)	BZE (1)
Norm: in Anlehnung an DIN 19684-1	**HBU: in Anlehnung an HBU 3.5.1b**	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:

Demineralisiertes Wasser
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1b** angegebenen Methode orientieren. Die Probe:Lösungs-Verhältnisse sind für Humusproben jedoch verschieden.

a) Herstellung der Suspension:

a.1.) Humus:
Die gesiebte Humusprobe wird in einem Becherglas mit $H_2O_{demin.}$ im Volumenverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. (Bei Torf ist ein Verhältnis Probe:Lösung von 1:3 möglich.) Das Abmessen der Humusmenge kann mit einem Messlöffel erfolgen. $H_2O_{demin.}$ wird zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

a.2.) Boden:
Die gesiebte Bodenprobe wird in einem Becherglas mit $H_2O_{demin.}$ im Gewichtsverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. Dazu wird die Bodenprobe eingewogen und $H_2O_{demin.}$ zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit dem Stab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.5**

Anmerkungen:
1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
a.) pH-Wert (H_2O) Methode A3.1.1.2: Die Werte weichen um ca. 0,12 pH-Einheiten voneinander ab. Eine ausführliche Beschreibung einer von Utermann (2004)

durchgeführten Vergleichsuntersuchung befindet sich im Anhang 1 der HFA-Methode A3.1.1.2.

9. Literatur:

1. DIN 19684-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenuntersuchungsverfahren im landwirtschaftlichen Wasserbau – chemische Laboruntersuchungen – Bestimmung des pH-Wertes des Bodens und Ermittlung des Kalkbedarfs
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
3. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
4. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff
5. Utermann, J. (2004): Comparison of pH-measurements in soils according to ISO 10390 and DIN 19684-1; in: HFA, Methode A3.1.1.2, Anhang 1

Boden Humus	pH-Wert in H_2O (pH BZE/EU 2)	BZE (2) Level I+II (2)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10390	**HBU: 3.5.1a**	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:

Demineralisiertes Wasser
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1 oder A1.3.2

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1a** angegeben Methode orientieren.

a.) Herstellung der Suspension:
Ein Messlöffel (mind. 5 ml Vol.) der gesiebten Humus- oder Bodenprobe wird in eine PE-Flasche (oder Borosilikatglas-Flasche) mit Schraubverschluss gegeben, mit der 5-fachen Menge (Vol) $H_2O_{demin.}$ versetzt und die Flasche verschlossen. Anschließend wird die Suspension ca. 5 min. kräftig geschüttelt und dann mind. 2, max. 24 Std. stehengelassen.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.5**

Anmerkungen:
1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.
3. Wenn bei Proben die pH-Wert-Einstellung sehr lange dauert bzw. schwankt, sollte dies vermerkt werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
a) pH-Wert (H_2O) Methode A3.1.1.1: Die Werte weichen um ca. 0,17 pH-Einheiten voneinander ab. Eine ausführliche Beschreibung einer von Utermann (2004) durchgeführten Vergleichsuntersuchung befindet sich im Anhang 1.

9. Literatur:
1. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
3. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie

Anhang 1

Utermann. J. (2004):
Comparison of pH-measurements in soils according to ISO 10390 and DIN 19684-1

1. methods compared:

a. **ISO 10390:** 25 ml distilled water or 0.01 M $CaCl_2$ or 1 M KCl solution are added to 5 ml of air-dried soil, subsequently shaked for 5 minutes and then let it settle at least for 2 hours (24 hours at maximum). After shaking the soil suspension again pH is measured using a pH-electrode (**Solid-liquid ratio 1:5, volume referred sample**).

b. **DIN 19684-1** (equivalent BZE guideline 1994): 25 ml distilled water or 0.01 M $CaCl_2$ or 1 M KCl solution are added to 10 g of air-dried soil, subsequently shaked for 5 minutes and then let it settle at least for 2 hours (24 hours at maximum). After shaking the soil suspension again pH is measured using a pH-electrode (**Solid-liquid ratio 1:2.5, mass referred sample**).

2. procedure:

Mineral soil samples from soils under forest were selected according to their pH ($CaCl_2$)-values. The variate (n=61) covers a range of soil-pH ($CaCl_2$) values from 2.65 up to 7.25. In all soil samples pH (H_2O), pH ($CaCl_2$) and pH (KCl) was determined according to ISO 10390 and DIN 19684-1. The data sets were tested for outliers (Grubbs-test) and analysed statistically (correlation & linear regression analysis).

3. results:

For none of the data sets outliers could be identified. The comparison of both standards for the determination of soil-pH revealed highly significant correlations in all cases with coefficients of determination of 0.999 (pH (KCl)), 0.997 (pH($CaCl_2$)) and 0.989 (pH(H_2O)). The slope of the regression functions in logarithmic coordinate system approximates 1 (see table 1). Note: If the slope of the linear regression function is 1 in the logarithmic coordinate system, its intersection with the y-axes is the log of the slope of a linear regression function in the cartesian coordinate system with an intersection with the y-axes near zero.

From the achieved results it can be concluded that the standard methods compared in this study show very similar results. However, it is not a 1:1 relationship. Therefore, it is recommended to transform the pH-values determined by one of the standard methods into the other applying the regression functions given in table 1. In this context it must be pointed out that the regression functions should only be applied within the range of the pH-values they are derived from.

4. literature:

a. ISO 10390 (1994): Soil quality – Determination of pH
b. DIN 19684-1 (1977): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
c. BZE (1994): Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald - Arbeitsanleitung

5. executive laboratory:

Federal Institute for Geosciences and Natural Resources
Dr. J. Utermann
Stilleweg 2
D 30655 Hannover
Germany
e-mail: Jens.Utermann@BGR.de

6. tables and graphs, appendix:

Table 1: Parameters of the regression functions for pH transformation

	n	Regression function	r^2 a=0,05	Range of measured values	
pH (H_2O)	60	pH (1:5) = 1.0387 pH (1:2.5) – 0.1175	0.9887	3.25	7.82
	60	pH (1:2.5) = 0.9519 pH (1:5) + 0.1691	0.9887	3.50	8.08
pH ($CaCl_2$)	61	pH (1:5) 0.9999 pH (1:2.5) + 0.1324	0.9968	2.65	7.25
	61	pH (1:2.5) = 0.9969 pH (1:5) – 0.1174	0.9968	2.82	7.49
pH (KCl)	63	pH (1:5) = 1.022 pH (1:2.5) – 0.0055	0,9989	2.49	7.72
	63	pH (1:2.5) = 0.9774 pH (1:5) – 0.0105	0,9989	2.59	7.80

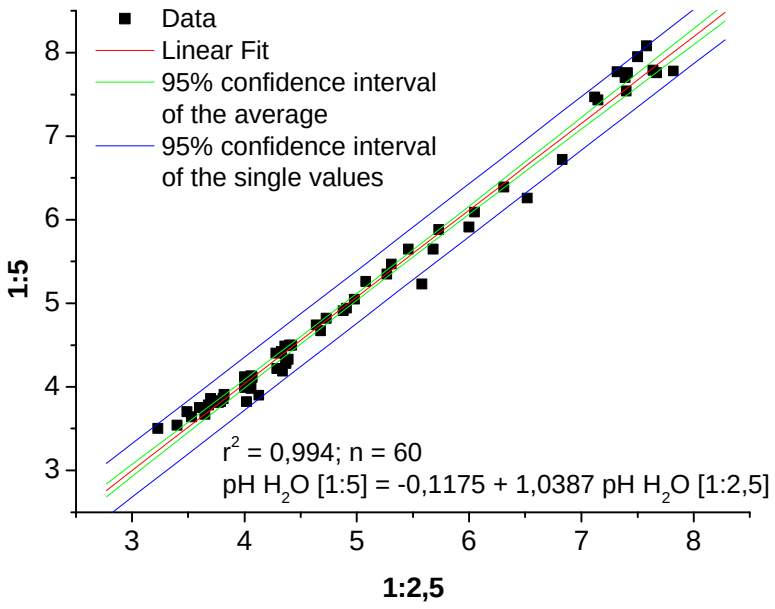


Figure 1: Regression function for the comparison of pH (H_20) (soil: liquid ratio 1: 2.5 vs. 1:5)

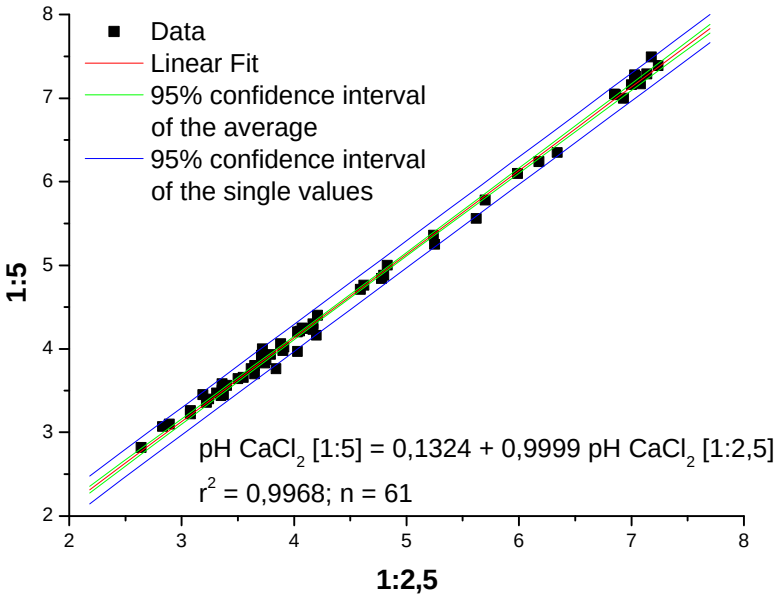

Data
Linear Fit
95% confidence interval of the average
95% confidence interval of the single values
pH CaCl2 [1:5] = 0,1324 + 0,9999 pH CaCl2 [1:2,5]
r2 = 0,9968; n = 61
1:5
1:2,5

Figure 2: Regression function for the comparison of pH ($CaCl_2$) (soil: liquid ratio 1: 2.5 vs. 1:5)

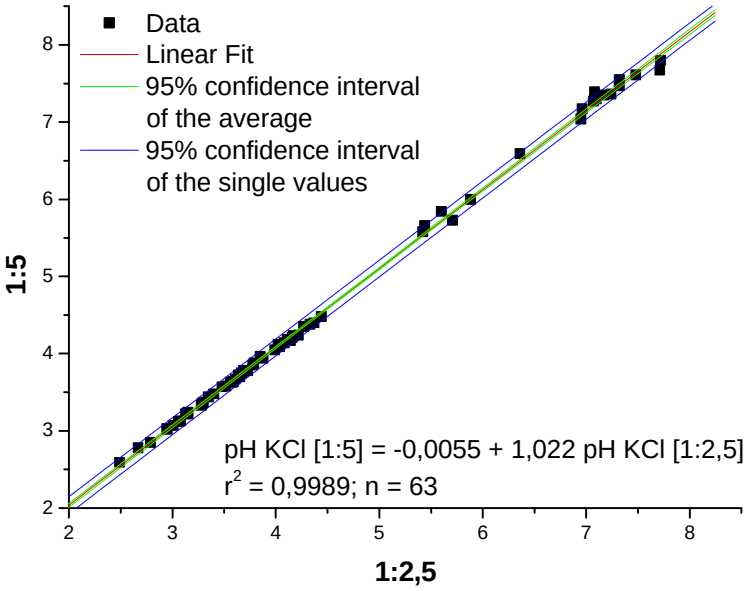

Data
Linear Fit
95% confidence interval of the average
95% confidence interval of the single values
pH KCl [1:5] = -0,0055 + 1,022 pH KCl [1:2,5]
r2 = 0,9989; n = 63
1:5
1:2,5

Figure 3: Regression function for the comparison of pH (KCl) (soil: liquid ratio 1: 2.5 vs. 1:5)

Boden Humus	pH-Wert in 1M KCl (pH BZE 1)	BZE (1)
Norm: in Anlehnung an DIN 19684-1	**HBU: in Anlehnung an HBU 3.5.1b**	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer 1 M KCl-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte K-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Kaliumchlorid (KCl) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:
1 M KCl-Lösung: 74,56 g KCl in einem Messkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l auffüllen

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an den in **HBU 3.5.1b** angegeben Methoden orientieren. Die Probe:Lösungs-Verhältnisse für Humusproben sind jedoch verschieden.

a) Herstellung der Suspension:

a.1.) Humus:
Die gesiebte Humusprobe wird in einem Becherglas mit 1M KCl-Lösung im Volumenverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. (Bei Torf ist ein Verhältnis Probe:Lösung von 1:3 möglich.) Das Abmessen der Humusmenge kann mit einem Messlöffel erfolgen. $H_2O_{demin.}$ wird zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

a.2.) Boden:
Die gesiebte Bodenprobe wird in einem Becherglas mit 1M KCl-Lösung im Gewichts-Verhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. Dazu wird die Bodenprobe eingewogen und $H_2O_{demin.}$ zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit dem Stab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH-Wert (KCl) Methode A3.1.1.4: Die Werte sind nahezu identisch. Eine ausführliche Beschreibung einer von Utermann (2004) durchgeführten Vergleichsuntersuchung befindet sich im Anhang 1 der HFA-Methode A3.1.1.2.

b) pH($CaCl_2$), Methode A3.1.1.5: Die Methoden sind nicht vergleichbar. Nach einer häufigkeitsstatistischen Auswertung der im Rahmen der BZE Rheinland-Pfalz erhobenen pH-Werte von Humusauflagen liegen die pH($CaCl_2$)-Werte im sauren Bereich um etwa 0,2 pH-Einheiten höher als die in KCl gemessenen Werte (Block et. al. 1991).

c) pH($CaCl_2$), Methode A3.1.1.6: Die Methoden sind nicht vergleichbar. Im Rahmen der Vorstudie zur BZE II wurde festgestellt, dass bei den pH-Werten von Bodenproben und Humusauflagen die pH($CaCl_2$)-Werte im sauren Bereich um etwa 0,2 pH-Einheiten höher liegen als die in KCl gemessenen Werte (Evers et. al. 2002).

9. Literatur:

1. Block et. al. (1991): Waldschäden, Nähr- und Schadstoffgehalte in Nadeln und Waldböden in Rheinland-Pfalz. - Mitt. Forst. Versuchsanst. Rheinland-Pfalz, Bd. 17/91, 237 S.; Trippstadt.
2. DIN 19684-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenuntersuchungsverfahren im landwirtschaftlichen Wasserbau – chemische Laboruntersuchungen – Bestimmung des pH-Wertes des Bodens und Ermittlung des Kalkbedarfs
3. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
4. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
5. Evers, König, Wolff u. Meiwes (2002): Vorbereitung der 2. Bodenzustandserhebung im Wald – Untersuchungen zur Laboranalytik, Stickstoffbestimmung und zeitlichen Variabilität bodenchemischer Parameter, BMVEL, S. 203 ff.
6. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
7. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff
8. Utermann, J. (2004): Comparison of pH-measurements in soils according to ISO 10390 and DIN 19684-1; in: HFA, Methode A3.1.1.2, Anhang 1

Boden Humus	pH-Wert in 1 M KCl (pH BZE 2)	BZE (2)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10390	**HBU: 3.5.1a**	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer 1 M KCl-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte K-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Kaliumchlorid (KCl) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:
1 M KCl-Lösung: 74,56 g KCl in einem Messkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l auffüllen

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1 oder A1.3.2

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1a** angegeben Methode orientieren.

a) Herstellung der Suspension:
Ein Messlöffel (mind. 5 ml Vol.) der gesiebten Humus- oder Bodenprobe wird in eine PE-Flasche (oder Borosilikatglas-Flasche) mit Schraubverschluss gegeben, mit der 5-fachen Menge (Vol) 1 M KCl-Lösung versetzt und die Flasche verschlossen. Anschließend wird die Suspension ca. 5 min. kräftig geschüttelt und dann mind. 2, max. 24 Std. stehengelassen.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit dem Glasstab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.5**

Anmerkungen:
1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.
3. Wenn bei Proben die pH-Wert-Einstellung sehr lange dauert bzw. schwankt, sollte dies vermerkt werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH-Wert (KCl) Methode A3.1.1.3: Die Werte sind nahezu identisch. Eine ausführliche Beschreibung einer von Utermann (2004) durchgeführten Vergleichsuntersuchung befindet sich im Anhang 1.

9. Literatur:

1. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
3. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
4. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff
5. Utermann, J. (2004): Comparison of pH-measurements in soils according to ISO 10390 and DIN 19684-1; in: HFA, Methode A3.1.1.2, Anhang 1

Boden Humus	pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH Niedersachsen)	Länder (NI u.a.)
Norm: in Anlehnung an DIN 19684-1	**HBU: 3.5.1b**	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte Ca-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Calciumchlorid ($CaCl_2*2H_2O$) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:
0,01 M $CaCl_2$-Lösung: 1,47g $CaCl_2*2H_2O$, p.a. werden im Meßkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 bzw. A1.2.2 (EU) und A1.3.1

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1b** angegeben Methode orientieren.
a) Herstellung der Suspension:
a.1.) Humus:
Die gesiebte Humusprobe wird in einem Becherglas mit 0,01 M $CaCl_2$-Lösung im Volumenverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. (Bei Torf ist ein Verhältnis Probe:Lösung von 1:3 möglich.) Das Abmessen der Humusmenge kann mit einem -Messlöffel erfolgen. $H_2O_{demin.}$ wird zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

a.2.) Boden:
Die gesiebte Bodenprobe wird in einem Becherglas mit 0,01 M $CaCl_2$-Lösung im Gewichtsverhältnis Probe:Lösung = 1:2,5 verrührt. Dazu wird die Bodenprobe eingewogen und $H_2O_{demin.}$ zupipettiert.
Die Mischung muss mindestens 1 Stunde in dem abgedeckten Becherglas stehen und zwischendurch mehrfach mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt werden.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben. Bei alkalischen Proben kann eine 3-Punkt-Eichung sinnvoll sein.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit dem Glasstab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Bei pH-Werten über 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH(KCl), Methode A3.1.1.3: Die Methoden sind nicht vergleichbar. Nach einer häufigkeitsstatistischen Auswertung der im Rahmen der BZE Rheinland-Pfalz erhobenen pH-Werte von Humusauflagen liegen die pH($CaCl_2$)-Werte im sauren Bereich um etwa 0,2 pH-Einheiten höher als die in KCl gemessenen Werte (Block et. al. 1991).

b) pH($CaCl_2$), Methode A3.1.1.6: Die pH-Werte sollten nur sehr gering von einander abweichen; es liegen jedoch keine Vergleichsuntersuchungen vor.

c) pH-Wert ($CaCl_2$) Methode A3.1.1.7: Die Werte weichen um ca. 0,13 pH-Einheiten voneinander ab. Eine ausführliche Beschreibung einer von Utermann (2004) durchgeführten Vergleichsuntersuchung befindet sich im Anhang 1 der Methode A3.1.1.2.

9. Literatur:

1. Block et.al. (1991): Waldschäden, Nähr- und Schadstoffgehalte in Nadeln und Waldböden in Rheinland-Pfalz. Mitt. Forst. Versuchsanst. Rheinland-Pfalz, Bd. 17/91, 237 S.; Trippstadt.
2. DIN 19684-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenuntersuchungsverfahren im landwirtschaftlichen Wasserbau – chemische Laboruntersuchungen – Bestimmung des pH-Wertes des Bodens und Ermittlung des Kalkbedarfs
3. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Norm-entwurf
4. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
5. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff
6. Utermann, J. (2004): Comparison of pH-measurements in soils according to ISO 10390 and DIN 19684-1; in: HFA, Methode A3.1.1.2, Anhang 1

Boden Humus	pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH EU 1)	Level I+II (1)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10390	**HBU: in Anlehnung an 3.5.1a**	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte Ca-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Calciumchlorid ($CaCl_2*2H_2O$) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:
0,01 M $CaCl_2$-Lösung: 1,47g $CaCl_2*2H_2O$, p.a. werden im Meßkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.2 (EU) und A1.3.1

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1a** angegeben Methode orientieren. Die Boden/Lösungsverhältnisse sind jedoch verschieden.

a) Herstellung der Suspension:

a.1.) Humus:
5 g der gesiebten Humusprobe werden in eine 200 ml PE-Flasche eingewogen und mit 100 ml einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung versetzt.

a.2.) Boden:
20 g der gesiebten Bodenprobe werden in eine 200 ml PE-Flasche eingewogen und mit 100 ml einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung versetzt.
Das jeweilige Gemisch wird 2 Stunden in der verschlossenen PE-Flasche auf einer Schüttelmaschine geschüttelt.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Nach dem Absetzen der Feststoffe wird der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	76.1.5

Anmerkungen:
1. Bei pH-Werten über 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.

2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH(KCl), Methode A3.1.1.3: Die Methoden sind nicht vergleichbar. Nach einer häufigkeitsstatistischen Auswertung der im Rahmen der BZE Rheinland-Pfalz erhobenen pH-Werte von Humusauflagen liegen die pH($CaCl_2$)-Werte im sauren Bereich um etwa 0,2 pH-Einheiten höher als die in KCl gemessenen Werte (Block et. al. 1991). Zum gleichen Ergebnis kommt die Vorstudie zur BZE II für Humus- und Bodenproben (Evers et. al. 2002).

b) pH(CaCl2), Methode A3.1.1.5: Die pH-Werte sollten nur sehr gering von einander abweichen; es liegen jedoch keine Vergleichsuntersuchungen vor.

9. Literatur:

1. Block et.al. (1991): Waldschäden, Nähr- und Schadstoffgehalte in Nadeln und Waldböden in Rheinland-Pfalz. Mitt. Forst. Versuchsanst. Rheinland-Pfalz, Bd. 17/91, 237 S.; Trippstadt.
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
3. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Norm-entwurf
4. Evers, König, Wolff u. Meiwes (2002): Vorbereitung der 2. Bodenzustands-erhebung im Wald – Untersuchungen zur Laboranalytik, Stickstoffbestimmung und zeitlichen Variabilität bodenchemischer Parameter, BMVEL, S. 203 ff.
5. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
6. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff
7. UNEC: Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Hamburg, Prag 1994

Boden Humus	pH-Wert in 0,01 M $CaCl_2$ (pH BZE/EU 2)	BZE (2) Level I+II (2)
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 10390	**HBU: 3.5.1a**	

1. Prinzip der Methode:

Der pH-Wert ist definiert als der negative dekadische Logarithmus des Zahlenwerts der in mol/l angegebenen Wasserstoffionen-Aktivität:

$$pH = - \log a(H^+)$$

Der in einer Humus- oder Boden-Suspension gemessene pH-Wert ist ein Maß für die sich im Gleichgewicht zwischen Festphase und Lösungsphase einstellende H^+-Ionenaktivität. Diese H^+-Ionenaktivität wird wesentlich durch den Mineralbestand, die organische Substanz (d.h. die Carboxyl-, und Hydroxylgruppen der Huminstoffe und Huminsäuren) sowie durch Basen und Salze, die z.B. im Rahmen einer Kalkung eingebracht wurden (z.B. Carbonate), bestimmt.
Durch den Zusatz einer 0,01 M $CaCl_2$-Lösung zur Humus- oder Bodenprobe werden die an den mineralischen Oberflächen sowie an die Huminstoffe und Huminsäuren gebundenen Kationen gegen das zugesetzte Ca-Kation ausgetauscht. Kationen wie z.B. Aluminium, Eisen und Mangan reagieren als Kationsäuren unter Freisetzung von Protonen:

$$Me^{n+} + m\ H_2O \rightarrow [Me(OH)_m]^{(n-m)+} + m\ H^+$$

Durch die Protonenfreisetzung sinkt der pH-Wert. Die Absenkung des pH-Wertes gegenüber dem in wässriger Suspension gemessenen pH-Wert ist ein Maß für die Belegung der Oberflächen mit Kationsäuren und damit für den Grad der Versauerung des Humus oder Bodens.

2. Störungen:

Das Diaphragma der pH-Elektrode kann in der Boden- bzw. Humussuspension leicht verstopfen und dadurch zu fehlerhaften Messungen führen.
Da die Wasserstoffionen-Aktivität temperaturabhängig ist, muss zum Bezug der gemessenen Werte auf Standardbedingungen eine Temperaturkompensation durchgeführt werden.

3. Geräte und Zubehör:

pH-Elektrode
pH-Messgerät, Messgenauigkeit +/- 0,01 pH, mit Temperaturkompensation
Becherglas
Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,1 g
Pipette
ggf. Messlöffel
Rührer, Glasstab
ggf. Thermometer

4. Chemikalien:
Demineralisiertes Wasser
Calciumchlorid ($CaCl_2*2H_2O$) p.a.
Pufferlösung pH 4 (20°C)
Pufferlösung pH 7 (20°C)
Pufferlösung pH 9 (20°C)

5. Lösungen:
0,01 M $CaCl_2$-Lösung: 1,47g $CaCl_2*2H_2O$, p.a. werden im Meßkolben mit H_2O_{demin} auf 1 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1 oder A1.3.2

7. Durchführung:
Das Vorgehen soll sich an der in **HBU 3.5.1a** angegeben Methode orientieren.

a) Herstellung der Suspension:
Ein Messlöffel (mind. 5 ml Vol.) der gesiebten Humus- oder Bodenprobe wird in eine PE-Flasche (oder Borosilikatglas-Flasche) mit Schraubverschluss gegeben, mit der 5-fachen Menge (Vol) 0,01 M $CaCl_2$-Lösung versetzt und die Flasche verschlossen. Anschließend wird die Suspension ca. 5 min. kräftig geschüttelt und dann mind. 2, max. 24 Std. stehengelassen.

b) Messung des pH-Wertes:
Die Messung des pH-Wertes erfolgt in dem Proben-/Lösungsgemisch mittels eines pH-Meters mit Glaselektrode. Für die Kalibration der pH-Glaselektrode ist eine 2-Punkt-Eichung vorgeschrieben.
Vor der Messung wird die Probe nochmals mit einem Glas- oder Kunststoff-Stab umgerührt und nach dem Absetzen der Feststoffe der pH-Wert im wäßrigen Überstand gemessen; dabei darf die Suspension nicht gerührt bzw. die Elektrode nicht bewegt werden.
Standard-Pufferlösungen und Suspension .müssen bei der Messung gleiche Temperaturen haben.

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.5**

Anmerkungen:
1. Bei pH-Werten über pH 5 kann die Gleichgewichtseinstellung sehr langsam erfolgen. Deshalb empfiehlt es sich, diese Proben über Nacht stehen zu lassen und am darauf folgenden Tag erneut zu messen.
2. Zwischen den Messungen verschiedener Proben wird die Elektrode kurz mit $H_2O_{demin.}$ abspült. Die anhaftenden Wassertropfen werden nur abgeschüttelt und nicht mit Zellstoff abgewischt.
3. Wenn bei Proben die pH-Wert-Einstellung sehr lange dauert bzw. schwankt, sollte dies vermerkt werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) pH-Wert ($CaCl_2$) Methode A3.1.1.7: Die Werte weichen um ca. 0,12 pH-Einheiten voneinander ab. Eine ausführliche Beschreibung einer von Utermann (2004) durchgeführten Vergleichsuntersuchung befindet sich im Anhang 1 der Methode A3.1.1.2.

9. Literatur:

1. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes
2. DIN ISO 10390, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung des pH-Wertes, Normentwurf
3. Galster (1990): pH-Messung, Verlag Chemie
4. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 18 ff
5. Utermann, J. (2004): Comparison of pH-measurements in soils according to ISO 10390 and DIN 19684-1; in: HFA, Methode A3.1.1.2, Anhang 1

Boden Humus	Teil A3.2: Extraktionsverfahren	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	Kationenaustauschkapazitäts-bestimmungen	BZE Level I+II Länder

Feste Bodenteilchen (vorwiegend Tonminerale und organische Substanz) besitzen die Fähigkeit, an ihrer Oberfläche sowohl Gase aus der Bodenluft als auch Moleküle und Ionen aus der wässrigen Bodenlösung zu adsorbieren. Die Adsorption von Ionen ist mit der Desorption einer äquivalenten Menge anderer Ionen verknüpft, die dann in die Bodenlösung übergehen. Der Boden verhält sich bei diesem Vorgang wie ein Ionenaustauscher. Die Summe aller an der Bodenoberfläche bei pH 7-7.5 austauschbar gebundener Kationen wird potentielle Austauschkapazität (AK_t) genannt. Die Austauschkapazität beim jeweiligen pH des Bodens wird dagegen als effektive Austauschkapazität (AK_e) bezeichnet. Sie liegt insbesondere in sauren Böden deutlich unter der AK_t.

Boden	effektive Kationenaustauschkapazität (AK_e)	BZE
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Austauschkapazität erfolgt durch Austausch der Kationen mit NH_4Cl-Lösung. Um einen vollständigen Austausch zu erreichen, wird eine Bodensäule mit großem Überschuß an NH_4^+-Ionen (1 M NH_4Cl-Lösung) perkoliert. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die NH_4Cl-Lösung ungepuffert ist und selbst einen pH-Wert von 4,65 - 4,85 hat.

$$\begin{array}{c}\text{K Na Ca Mg Mn}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Al Fe } NH_4 \text{ H}\end{array} + 15\ NH_4^+ \rightarrow \begin{array}{c}NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\\ \boxed{\text{Boden}}\\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\end{array} + Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + H^+ + Mg^{2+}$$

Die Kationenkonzentrationen im Perkolat werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge wird als effektive Austauschkapazität bezeichnet.
Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Perkolation berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muß die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH)]^{2+} + H^+$$

Austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode nicht erfaßt werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

Achtung!
Diese Methode ist nur für **carbonatfreie Böden** geeignet!
Für carbonathaltige Böden ist die Methode A3.2.1.2 (potentielle Austauschkapazität) zu verwenden.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Perkolation in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:

Perkolationssäule mit Hahn
Filterwatte
100 ml Meßkolben mit Stopfen
oder:
Perkolationsanlage (siehe Anmerkung 2)

Anmerkungen:

1. Alle verwendeten Glasgeräte müssen aus Duran-Glas hergestellt sein!
2. Die Beschreibung einer automatischen Perkolationsanlage findet sich bei König, N. u. Fortmann, H. (1996a). Sie ist im Anhang 1 wiedergegeben.

4. Chemikalien:

Ammoniumchlorid: NH_4Cl p.a.

5. Lösungen:

1 M NH_4Cl-Lösung: 1.069,8 g NH_4Cl p.a. werden in eine 20 l-Vorratsflasche gegeben und auf 20 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung der NH_4Cl-Perkolate der Bodenproben:

2,5 g einer gesiebten und gut gemischten Bodenprobe (nicht mit Quarzsand vermischen!) werden mind. 10 Std., (ggf. über Nacht) mit 5-8 ml 1 M NH_4Cl-Lösung in der später verwendeten Perkolationssäule eingeweicht. Um eine vollständige Benetzung des Bodens sicherzustellen, müssen ggf. Boden und NH_4Cl-Lösung mit einem Glasstab verrührt werden.
Am nächsten Tag wird der Boden mit 100 ml (abzügl. der zum Einweichen verwendeten Lösungsmenge) 1 M NH_4Cl-Lösung perkoliert. Durch Regelung der Tropfgeschwindigkeit mittels Hahn oder Pumpe muss eine Perkolationsdauer von möglichst 5 Stunden, mindestens jedoch 4 Stunden sichergestellt werden.

Anmerkungen:

1. Die in der Perkolationsapparatur verwendeten Materialien (Gefäße, Filter, Glaswolle, Schläuche, etc.) müssen vor der Benutzung mit einer NH_4Cl-Lösung gespült werden.
2. Gelangen Bodenpartikel in den Auffangkolben, weil die Filterwatte oder der Glasfaser-Filter zerstört wurde oder nicht richtig eingelegt war, so muß die Perkolation mit einer frischen Bodenprobe wiederholt werden.
3. Bei sehr tonhaltigen Bodenproben können feinste Bodenpartikel den Glasfaser-Filter passieren. Da dies auch bei Perkolationswiederholung nicht zu verhindern ist, muß bei solchen Bodenproben das im Auffangkolben aufgefangene Perkolat sofort nach der Perkolation membranfiltriert werden.
4. Die Perkolation der Bodenproben sollte ca. 5 Stunden dauern, also werden etwa 20 ml pro Stunde perkoliert. Bei sandigen Böden kann die Perkolation zu schnell ablaufen. Wenn nach zwei Stunden mehr als 50 ml durchgelaufen sind, sollte die Tropf- bzw. Pumpgeschwindigkeit herabgesetzt werden.
5. Bei stark tonhaltigen Bodenproben kann sich die Perkolationsdauer verlängern. Sind nach 5 Stunden noch mehr als 10 ml NH_4Cl nicht durch die Bodensäule perkoliert, so wird die Tropf- bzw. Pumpgeschwindigkeit heraufgesetzt, um das restliche NH_4Cl beschleunigt durch die Bodensäule zu perkolieren. Proben, die nach 6 Stunden noch nicht annähernd durchgelaufen sind, werden abgebrochen und

nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (gereinigt mit verd. HCl und anschließend H_2O demin) im Verhältnis 1:1 erneut perkoliert.

b) Bestimmung der Elemente in der Perkolationslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt.
Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der NH_4Cl-Lösung sowohl vor der Perkolation als auch im Perkolat so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die 1 M NH_4Cl-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche NH_4Cl-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Perkolationen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

c. Berechnung der effektiven Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE	Ionenäquivalent in µmol/g
c	Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V	Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (5,0 bzw. 2,5 g)
ÄG	Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Fe^{3+}	= 18,62	Al^{3+}	= 8,99
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_p}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P	pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0	pH-Wert der reinen NH_4Cl-Lösung
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al)	Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al)	Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel für die Protonenäquivalente ist nachzulesen bei König u. Fortmann (1996b).
Im Anhang 2 findet sich eine Tabelle mit dem Faktor F für verschiedene pH-Werte.

c.3.) Berechnung der AKe, der Austauschazidität und der Basensättigung:
Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:
AK_e [$\mu mol_c/g$] = $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AA [µmol/g] = $IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) $BaCl_2$-Methode UNEP-UN/ECE Method 9106SA, Methode A3.2.1.3: Die Methoden liefern keine direkt vergleichbaren Ergebnisse. Es gibt jedoch gute

Korrelationen zwischen beiden Methoden, die in Ausnahmefällen eine Umrechnung der Daten beider Methoden zulassen. (siehe König u. Bartens (1995)

b) $BaCl_2$-Methode DIN ISO 11260, Methode A3.2.1.4: Die Methoden liefern keine direkt vergleichbaren Ergebnisse.

c) $SrCl_2$-Methode nach Bach, Methode A 2.2.1.6: Die Methode liefert keine direkt vergleichbaren Ergebnisse. (siehe Sänger-von Oepen et al. (1993))

c) NH_4Cl-Extraktion: Die Methode liefert nur für einige Elemente direkt vergleichbare Ergebnisse. Für die übrigen wurden Umrechnungsfaktoren ermittelt. (siehe Lüer u. Böhmer 2000)

9. Literatur:

1. König, u. Bartens (1995): Untersuchung zur Vergleichbarkeit der Ake-Bestimmungen mittels $BaCl_2$-Extraktion (EG-Methode) und NH_4Cl-Perkolation (deutsche Methode); Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 44
2. König u. Fortmann (1996a): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 3: Gerätekurzanleitungen und Gerätekurzanleitungen Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 48, Geräteanleitung AKE1.2
3. König u. Fortmann (1996b): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKE1.1
4. Lüer u. Böhmer (2000): Vergleich zwischen Perkolation und Extraktion mit 1 M NH_4Cl-Lösung zur Bestimmung der effektiven Kationenaustauschkapazität von Böden, J. Plant Nutr. Soil Sci. 163, Seite 555 ff.
5. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 11ff
6. Sänger-von Oepen et al. (1993): Vorstellung der $SrCl_2$-Methode nach Bach zur Bestimmung der effektiven Austauschkapazität und Vergleich mit der NH_4Cl-methode; Z. Pflanzenern. Bodenk., 156, S. 311 ff
7. Scheffer, Schachtschabel (1982): Lehrbuch der Bodenkunde, S. 93 ff, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart
8. Trüby u. Aldinger (1989): Z. Pflanzenern. Bodenk. 152, S. 301 ff
9. Ulrich (1966): Z. Pflanzenern. Bodenk. 113, Seite 141 ff

ANHANG 1

Beschreibung einer halbautomatischen Perkolationsanlage zur Bestimmung der effektiven Austauschkapazität (AK_e)
(aus: König u. Fortmann (1996a))

1. Grundlagen

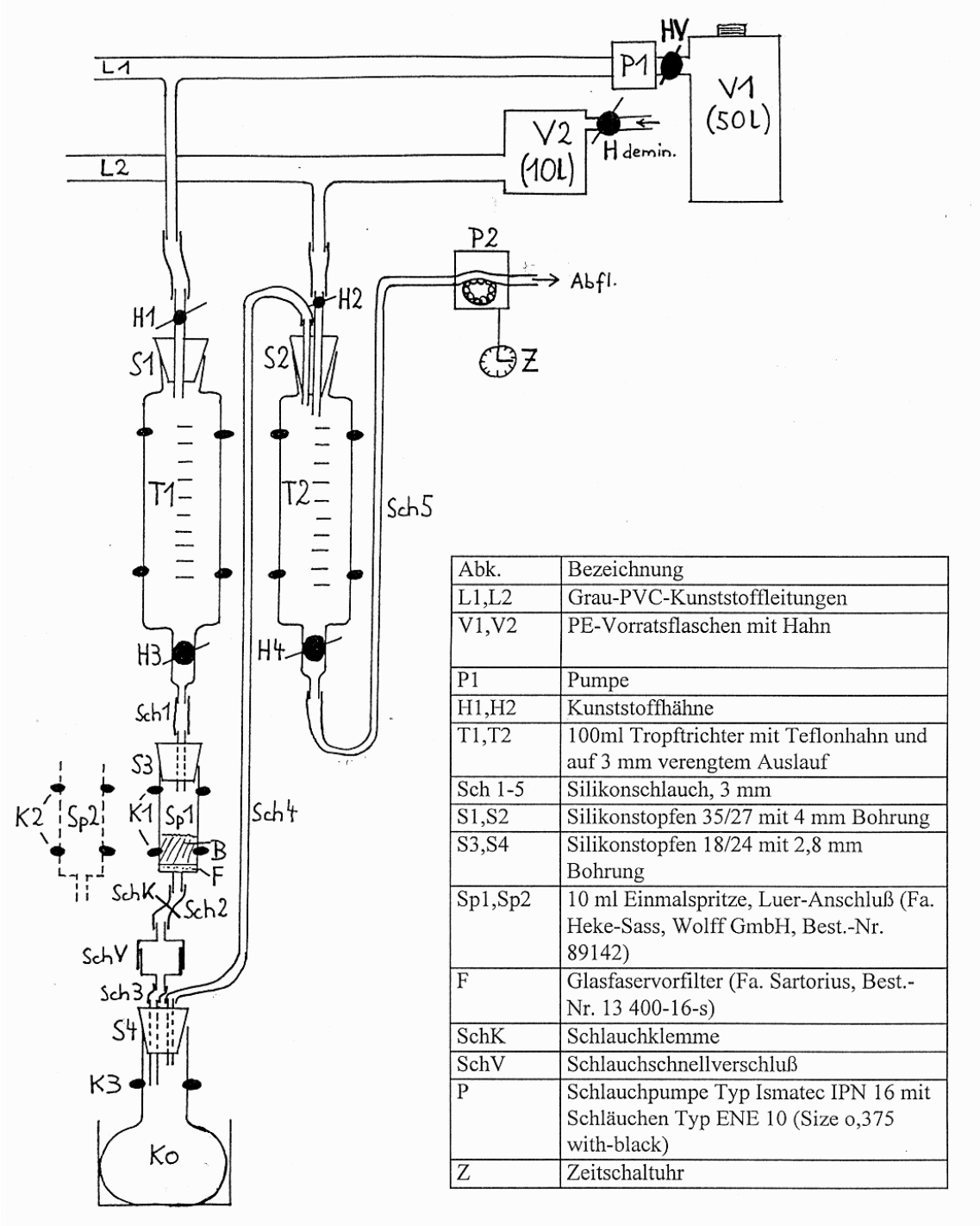
Das zur Bestimmung der AK_e nötige NH_4Cl-Perkolat des Bodens wird mit Hilfe der AK_e-Anlage gewonnen, an der 45 Bodenperkolationen parallel durchgeführt werden können. Es sind Tag- und Nacht-Läufe möglich. Der Aufbau der Anlage ist in Abbildung 1 dargestellt; die dort verwendeten Anlagenteil-Bezeichnungen werden in der folgenden Methodenbeschreibung jeweils in Klammern angegeben.

2. Vorbereitung der Anlage

- Im Vorratsgefäß (V1) werden für 1 Serie mit 120 Proben 20 l 1 M NH_4Cl-Lösung angesetzt. Werden 2 Serien nacheinander perkoliert, so kann für beide die NH_4Cl-Lösung auf einmal angesetzt werden.
- Mit der frischen NH_4Cl-Lösung wird 1 Paket Glasfaservorfilter ca. 1 Std. eingeweicht und die Filter anschließend 3-4-mal mit NH_4Cl-lösung gespült.
- Zu Beginn einer Serie wird die AKe-Anlage mit der frischen NH_4Cl-Lösung wie folgt gespült:
  Hähne (H1) an den Tropftrichtern schließen, Hahn (HV) am Vorratsgefäß (V1) öffnen, Pumpe (P1) anschalten, ca. 1-2 l NH_4Cl-Lösung durch das Rohr spülen, alle Tropftrichter (T1) durch Öffnen der Hähne H1 und H3 mit ca. 30 ml NH_4Cl-Lösung spülen
- Anschließend wird die Anlage mit NH_4Cl-Lösung und H_2O wie folgt gefüllt:
  alle Hähne H1 bis H4 an den Tropftrichtern (T1 und T2) müssen zunächst geschlossen sein; durch Öffnen und Schließen der Hähne H1 werden die NH_4Cl-Tropftrichter auf 90 ml gefüllt; die H_2O-Tropftrichter werden durch Öffnen und Schließen der Hähne H2 bis zum Stopfen gefüllt (das Wasser läuft über eine Füllstandsanzeige am Hahn H_{demin} automatisch in das Vorratsgefäß (V2) nach); anschließend wird die Pumpe P1 ausgestellt.
- Die 100 ml Auffangkolben (Ko) werden in die vorgesehenen Halterungen gestellt und mit der Halteklammer (K3) befestigt. Dann werden die Stopfen (S4) durch leichtes Eindrehen so aufgesetzt, dass sie luftdicht schließen.

3. Einweichen der Proben mit NH_4Cl

- Ein mit 1M NH_4Cl gespülter Glasfaservorfilter (F) wird mit einer Pinzette in eine 10 ml Kunststoffspritze (Sp1) gelegt (an der bereits der Schlauch (Sch2) mit dem Schlauchwerbinder-Oberteil (SchV) aufgesteckt ist) und mit einem Kunststoffrohr nach unten geschoben.



Abk.	Bezeichnung
L1,L2	Grau-PVC-Kunststoffleitungen
V1,V2	PE-Vorratsflaschen mit Hahn
P1	Pumpe
H1,H2	Kunststoffhähne
T1,T2	100ml Tropftrichter mit Teflonhahn und auf 3 mm verengtem Auslauf
Sch 1-5	Silikonschlauch, 3 mm
S1,S2	Silikonstopfen 35/27 mit 4 mm Bohrung
S3,S4	Silikonstopfen 18/24 mit 2,8 mm Bohrung
Sp1,Sp2	10 ml Einmalspritze, Luer-Anschluß (Fa. Heke-Sass, Wolff GmbH, Best.-Nr. 89142)
F	Glasfaservorfilter (Fa. Sartorius, Best.-Nr. 13 400-16-s)
SchK	Schlauchklemme
SchV	Schlauchschnellverschluß
P	Schlauchpumpe Typ Ismatec IPN 16 mit Schläuchen Typ ENE 10 (Size o,375 with-black)
Z	Zeitschaltuhr

- 2,5 g der getrockneten und gesiebten Bodenprobe werden auf einem Wägeschiffchen abgewogen und anschließend in die Spritze (Sp1) mit dem Filter eingefüllt.
- Die gefüllte Spritze wird in den dafür vorgesehenen Ständer geklemmt, der bis zu 45 Probenspritzen aufnehmen kann.
- Auf diese Weise werden pro Lauf 45 Proben eingewogen. Eine davon muss jeweils der AK_e-Bodenstandard sein.

- Mit dem Spritzenständer geht man zur $AK_{\underline{e}}$-Anlage und hängt die Spritzen der Reihe nach in die Halteklammern (K1) der Anlage (bei Nachtläufen werden die Halteklammern (K2) verwendet!). Dann werden die Schlauch-schnellverbindungen (SchV) an den Auffangkolben (Ko) angeschlossen und die Schläuche (Sch2) mit Schlauchklemmen (SchK) abgeklemmt.
- Auf jede Probe in den Spritzen werden ca. 3 ml NH_4Cl-Lösung mit einer Spritzflasche gegeben und dabei gegebenenfalls an der Spritzenwand hängendes Bodenmaterial nach unten gespült.
- Mit einem kleinen Spatel werden Boden und NH_4Cl-Lösung vorsichtig solange verrührt, bis sich keine Luftblasen mehr in dem Bodenbrei befinden. (Vorsicht! Filter beim Rühren nicht beschädigen. Es darf kein Boden am Filter vorbeigerührt werden!) Anschließend wird der am Spatel hängende Boden mit NH_4Cl in die Spritze gespült und die Spritze bis 8 ml aufgefüllt.
- Proben, bei denen viel organisches Material obenauf schwimmt, sollten von oben mit einem 2. Filter (F) etwas nach unten gedrückt werden, damit die Probe vollständig in NH_4Cl-Lösung eingeweicht wird.
- Sind alle Proben mit NH_4Cl-Lösung versetzt, werden die Stopfen (S1) mit leichten Drehbewegungen auf die Spritze (Sp1) gesetzt, so daß luftdichter Verschluß gewährleistet ist.
- Für einen Tag-Lauf läßt man die Proben über Nacht einweichen, bei einem Nacht-Lauf von mittags bis 1 Uhr nachts (danach Starten mit Zeitschaltuhr, siehe 7), wobei die Spritzen in den Halterungen (K2) hängen.

4. Starten eines Perkolationslaufes (Tag-Lauf)

- Zunächst werden alle Schlauchklammern (SchK) geöffnet, sodann alle Hähne (H4) der mit Wasser gefüllten Tropftrichter (T2).
- Nun werden die Schlauchpumpen angestellt. Die Pumpgeschwindigkeit muss auf 32 eingestellt und die Schlauchandruckhebel müssen in Pos. 11 eingerastet sein (bei Schlauchtyp Ismatec ENE10 size 0,375 with-black).
- Danach werden alle Hähne (H3) der mit NH_4Cl-Lösung gefüllten Tropftrichter (T1) geöffnet. Die Perkolation beginnt. (Achtung: bei unbesetzten Plätzen der Ake-Anlage müssen die Hähne H3 und H4 geschlossen bleiben und die entsprechenden Schlauchandruckhebel an der Pumpe hochgestellt werden!)

5. Notwendige Prüfungen während eines Perkolationslaufes

- Während eines Perkolationslaufes muß mehrmals jeder einzelne Kanal auf die Dichtigkeit aller Stopfen- und Schlauchverbindungen überprüft werden. Tritt an irgendeiner Stelle NH_4Cl-Lösung aus oder wird Luft eingesaugt, so muss bei diesem Kanal die Perkolation abgebrochen und am nächsten Tag mit frischem Boden wiederholt werden. Die NH_4Cl-Zufuhr ist durch Schließen des Hahns (H3) zu stoppen.
- Gelangen Bodenpartikel in den Kolben (Ko), weil der Filter (F) zerstört wurde oder nicht richtig eingelegt war, so muss ebenfalls die Perkolation mit einer frischen Bodenprobe wiederholt werden.
- Bei Perkolationsabbruch einzelner Kanäle müssen die Schlauchandruckhalterungen der jeweiligen Kanäle gelöst werden. Dies ist auch während einer Perkolation bei laufender Pumpe möglich.

- Bei sehr tonhaltigen Bodenproben können feinste Bodenpartikel den Glasfaservorfilter passieren. Da dies auch bei Perkolationswiederholung nicht zu verhindern ist, muss bei solchen Bodenproben das im Kolben (Ko) aufgefangene Perkolat sofort nach der Perkolation membranfiltriert werden.
- Die Perkolation der Bodenproben dauert etwa 5 Stunden, also werden etwa 20 ml pro Stunde perkoliert. Bei sandigen Böden kann die Perkolation zu schnell ablaufen. Wenn nach zwei Stunden mehr als 50 ml durchgelaufen sind, sollte die Pumpgeschwindigkeit auf 25 herabgesetzt werden oder durch leichtes Zudrehen des Hahns H3 die Perkolationsgeschwindigkeit gebremst werden. Bei stark tonhaltigen Bodenproben kann sich die Perkolationsdauer verlängern. Sind nach 5 Stunden noch mehr als 10 ml NH_4Cl im Tropftrichter (T1), so wird die Pumpgeschwindigkeit auf 50 heraufgesetzt, um das restliche NH_4Cl beschleunigt durch die Bodensäule zu ziehen. Proben, die nach 6 Stunden noch nicht annähernd durchgelaufen sind, werden abgebrochen und nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (gereinigt mit verd. HCl und anschließend H_2O demin) im Verhältnis 1:1 erneut perkoliert.

6. Arbeitsschritte nach Beendigung eines Perkolationslaufes

- Die Perkolation eines jeden Kanals ist beendet, wenn die gesamte NH_4Cl-Lösung aus dem Tropftrichter (T1) durch die Bodensäule in der Spritze (Sp1) perkoliert ist und die Säule trockengesaugt ist.
- Die Pumpen werden gestoppt und alle Tropftrichter-Hähne geschlossen.
- Zum Herausnehmen der Auffangkolben (Ko) werden zuerst die Stopfen (S3) aus den Spritzen gedreht, die Schlauchschnellverschlüsse (Sch) geöffnet und dann die Stopfen (S4) aus den Kolben (Ko) gezogen. Dann werden die Messkolben (Ko) aus den Halterungen (K3) genommen, auf 100 ml mit NH_4Cl-Lösung aufgefüllt, mit einem Stopfen verschlossen, umgeschüttelt und die Perkolate in beschriftete 100 ml Weithals-Polyethylen-Flaschen umgefüllt. (Trübe Lösungen müssen sofort membranfiltriert werden!)
- Die Spritzen (Sp1) mit dem Bodenmaterial incl. Schlauch (Sch2) und Schnellverschluss (SchV) werden aus den Halteklammern (K1) herausgenommen, Boden und Filter über einem Sieb herausgeklopft, die Spritzen gründlich 3-4-mal mit H_2O demin. gespült und getrocknet.
- Die Schläuche (Sch3) und das im Stopfen (S4) befindliche Glasrohr werden mit Hilfe einer Spritzflasche mit H_2O demin gespült (Becherglas unterhalten!).
- Wird die Anlage am nächsten Tag nicht betrieben, so müssen auch die Tropftrichter (T1), die Schläuche (Sch1) und die Glasröhrchen in den Stopfen (S3) mit H_2O demin. gespült werden.

7. Start eines Nachtlaufes

- Die Anlage wird mit NH_4Cl-Lösung und H_2O gefüllt (siehe 2.), die Kolben (Ko) in die Halterungen (K3) geklemmt und die Spritzen (Sp2) mit einweichendem Boden in den Halterungen K2 an Kolben (Ko) und Trichter (T1) mittels Stopfen (S3) beziehungsweise Schnellverschluss (SchV) angeschlossen. Die Hähne für NH_4Cl-Lösung (H3) und H_2O (H4) werden geöffnet und die Schlauchklemmen (SchK) entfernt.

- Die Steckerleiste für die Schlauchpumpen (P2) wird in die Zeitschaltuhr (Z) gesteckt und die Laufzeit auf 1 Uhr nachts bis 7 Uhr morgens eingestellt. Anschließend werden die Pumpen angestellt, damit sie um 1 Uhr nachts starten können.
- Alle Verbindungen der Anlage werden auf Dichtigkeit geprüft.
- Proben, die ohne Pumpenbetrieb schon schnell durchlaufen, müssen in der Regel am nächsten Tag wiederholt werden. Proben, die morgens nicht durchgelaufen sind, werden ebenfalls (nach Mischen mit Quarzsand) wiederholt.

8. Spülen/Stilllegen der Anlage

- Zum Wochenende oder bei längeren Betriebspausen der Anlage sollte die Anlage gründlich mit H_2O demin. gespült werden. Dazu wird das Vorratsgefäß V1 vom Anschlußschlauch abgeschraubt und der Schlauch in ein 5 l-Gefäß mit H_2O demin gesteckt. Dann wird die Pumpe P1 eingeschaltet und die Leitung (L1) mit 2-3 l H_2O demin gespült. Anschließend werden alle Trichter (T1) mit H_2O demin. gefüllt und das Spülwasser über die Verbindung Spritze/Kolben (SchV, Sch3, S4) abgelassen. Danach wird alles nochmals mit H_2O demin. aus einer Spritzflasche durchgespült.
- Zum Trocknen werden die Stopfen (S1) von den Tropftrichtern (T1) abgenommen.
- Die graue PVC-Rückwand und die Kolbenhalteleiste werden gründlich abgewischt und so NH_4Cl-Spritzer entfernt.

ANHANG 2

Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte

(aus: König u. Fortmann (1996a))

pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor
			4,6	18,8		4,1	57,2		3,6	179		3,1	563		2,6	1774
			4,59	19,2		4,09	58,5		3,59	1 83		3,09	576		2,59	1816
			4,58	19,6		4,08	59,9		3,58	187		3,08	590		2,58	1858
			4,57	20,1		4,07	61,3		3,57	192		3,07	604		2,57	1900
			4,56	20,5		4,06	62,7		3,56	196		3,06	618		2,56	1943
			4,55	21		4,05	64,1		3,55	201		3,05	632		2,55	1993
			4,54	21,4		4,04	65,6		3,54	205		3,04	647		2,54	2035
			4,53	21,9		4,03	67,1		3,53	210		3,03	662		2,53	2084
			4,52	22,4		4,02	68,6		3,52	215		3,02	677		2,52	2134
			4,51	22,9		4,01	70,2		3,51	220		3,01	693		2,51	2183
			4,50	23,4		4	71,8		3,5	225		3	709		2,5	2233
			4,49	23,9		3,99	73,5		3,49	230		2,99	721		2,49	2289
			4,48	24,4		3,98	75,1		3,48	235		2,98	743		2,48	2341
			4,47	25		3,97	76,9		3,47	241		2,97	757		2,47	2401
			4,46	25,5		3,96	78,6		3,46	246		2,96	778		2,46	2451
			4,45	26,1		3,95	80,4		3,45	252		2,95	792		2,45	2511
			4,44	26,7		3,94	82,3		3,44	258		2,94	813		2,44	2571
			4,43	27,3		3,93	84,2		3,43	264		2,93	827		2,43	2631
			4,42	27,9		3,92	86,2		3,42	270		2,92	848		2,42	2691
			4,41	28,5		3,91	88,1		3,41	276		2,91	870		2,41	2751
			4,4	29,2		3,9	90,1		3,4	283		2,9	891		2,4	2821
			4,39	29,8		3,89	92,2		3,39	289		2,89	912		2,39	2881
			4,38	30,5		3,88	94,3		3,38	296		2,88	933		2,38	2961
			4,37	31,2		3,87	96,5		3,37	303		2,87	954		2,37	3021
			4,36	31,9		3,86	98,7		3,36	310		2,86	976		2,36	3091
			4,35	32,6		3,85	101		3,35	317		2,85	997		2,35	3161
			4,34	33,4		3,84	103		3,34	325		2,84	1024		2,34	3241
			4,33	34,1		3,83	106		3,33	332		2,83	1046		2,33	3311
			4,32	34,9		3,82	108		3,32	340		2,82	1067		2,32	3391
			4,31	35,7		3,81	111		3,31	348		2,81	1095		2,31	3471
			4 3	36,5		3,8	113		3,3	356		2,8	1117		2,30	3551
4,8	12,2		4,29	37,3		3,79	116		3,29	364		2,79	1145		2,29	3631
4,79			4,28	38,2		3,78	118		3,28	373		2,78	1173		2,28	3721
4,78			4,27	39		3,77	121		3,27	381		2,77	1202		2,27	3801
4,77	13		4,26	39,9		3,76	124		3,26	390		2,76	1230		2,26	3891
4,76	13,3		4,25	40,8		3,75	127		3,25	399		2,75	1258		2,25	3981
4,75	13,6		4,24	41,7		3,74	130		3,24	408		2,74	1286		2,24	4071
4,74	13,9		4,23	42,7		3,73	133		3,23	418		2,73	1315		2,23	4171
4,73	14,2		4,22	43,9		3,72	136		3,22	430		2,72	1350		2,22	4271
4,72	14,5		4,21	44,7		3,71	139		3,21	438		2,71	1378		2,21	4371
4,71	14,8		4,20	45,1		3,70	142		3,20	448		2,70	1413		2,20	4471
4,7	15,1		4,19	46,7		3,69	146		3,19	458		2,69	1442		2,19	4571
4,69	15,5		4,18	47,3		3,68	149		3,18	469		2,68	1477		2,18	4681
4,68	15,8		4,17	48,9		3,67	152		3,17	480		2,67	1512		2,17	4791
4,67	16,1		4,16	50		3,66	156		3,16	491		2,66	1548		2,16	4901
4,66	16,5		4,15	51,1		3,65	159		3,15	502		2,65	1583		2,15	5001
4,65	16,8		4,14	52,3		3,64	163		3,14	514		2,64	1618		2,14	5131
4,64	17,2		4,13	53,5		3,63	167		3,13	526		2,63	1654		2,13	5251
4,63	17,6		4,12	54,7		3,62	170		3,12	538		2,62	1695		2,12	5371
4,62	18		4,11	56		3,61	175		3,11	551		2,61	1731		2,11	5501
4,61	18,4		4,10	57,2		3,60	179		3,10	563		2,60	1774		2,10	5621

Boden	potentielle (totale) Kationenaustausch-Kapazität (AK_t)	BZE
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 13536	**HBU: in Anlehnung an HBU 3.7.2.2a**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der AK_t erfolgt durch Austausch der Kationen mit Bariumchlorid-Lösung, die unter Verwendung von Triethanolamin bei einem pH-Wert von 8,1 gepuffert ist. Um einen vollständigen Austausch zu erreichen, wird eine Bodensäule mit großem Überschuss an Ba-Ionen perkoliert.

$$2\ \begin{array}{c}\text{K Na Ca}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Mg } NH_4\end{array} + 7\ Ba^{2+} \rightarrow \begin{array}{c}\text{Ba Ba Ba Ba}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Ba Ba Ba}\end{array} + 2\ [Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mg^{2+} + NH_4^+]$$

Anschließend wird die Bodensäule mit Wasser $BaCl_2$-frei gespült und danach die eingetauschten Ba-Ionen mit einer Magnesiumchlorid-Lösung zurückgetauscht.

$$\begin{array}{c}\text{Ba Ba Ba Ba}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Ba Ba Ba}\end{array} + 7\ Mg^{2+} \rightarrow \begin{array}{c}\text{Mg Mg Mg Mg}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Mg Mg Mg}\end{array} + 7\ Ba^{2+}$$

Die Kationenkonzentrationen im 1. Perkolat werden ebenso gemessen wie die Ba-Konzentration im 2. Perkolat. Die Summe der Ba-Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die potentielle Austauschkapazität. Aus den Kationen-Ionenäquivalenten kann der Anteil der jeweiligen Kationen an der Gesamtaustauschkapazität ermittelt werden. Die Summe der Na-, K-, Mg- und Ca-Äquivalente sollte mit der der Ba-Äquivalente auf +/- 10 % übereinstimmen. Dies ist nicht der Fall bei carbonathaltigen Böden (mehr Ca durch Carbonat-Auflösung, => Summe Na, K, Mg, Ca > Ba) und bei sauren Böden, an denen selten die AK_t bestimmt wird (Austausch von Al^{3+} und H^+, Ausfällung von Al-Hydroxiden, => Summe Na, K, Mg, Ca < Ba). Austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode zwar erfaßt werden, wird jedoch in der Regel nicht bestimmt. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Perkolation in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können. Bei salzhaltigen und Gipsböden werden die Na- und Ca- Anteile an der AK_t überschätzt.

3. Geräte und Zubehör:

Perkolationssäule mit Hahn
Filterwatte
100 ml Meßkolben mit Stopfen
oder:
Perkolationsanlage (siehe Anmerkung 2)

Anmerkungen:

1. alle verwendeten Glasgeräte müssen aus Duran-Glas hergestellt sein!
2. Die Beschreibung einer automatischen Perkolationsanlage findet sich bei König, N. u. Fortmann, H. (1996a). Sie ist im Anhang 1 wiedergegeben.

4. Chemikalien:

Bariumchlorid ($BaCl_2$*$2H_2O$) p.a.
Magnesiumchlorid ($MgCl_2$*$6H_2O$) p.a.
Salzsäure (HCl) 0,1 N (Titrisol)
Triethanolamin ($C_6H_{15}NO_3$)

5. Lösungen:

a) konzentrierte Lösungen:

Lösung A (Triethanolamin):	90 ml Triethanolamin werden in einem 2 l-Kolben mit 1 l H_2O_{demin} versetzt und mit 1 N HCl auf pH 8,1 titriert (erforderlich sind ca. 300 ml 1 N HCl). Danach wird mit H_2O_{demin} auf 2 l aufgefüllt.
Lösung B ($BaCl_2$ 5 %):	100 g $BaCl_2$*$2H_2O$ werden in 2 l H_2O_{demin} gelöst.

b) Reagenzlösungen:

BaTri-Lösung:	Lösung A und Lösung B werden im Verhältnis 1:1 gemischt (10 l ansetzen)
$BaCl_2$-Lösung (0,1 M):	24,42 g $BaCl_2$ werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst (10 l ansetzen)
$MgCl_2$-Lösung (0,1 M):	20,33 g $MgCl_2$ werden in 1 l H_2O_{demin} gelöst (20 l ansetzen)

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

Die Durchführung erfolgt in Anlehnung an DIN ISO 13536; jedoch wird hier der Boden nicht 3-fach ausgeschüttelt, sondern perkoliert. Der Rücktausch erfolgt nicht mit Magnesiumsulfat, sondern mit Magnesiumchlorid.

a) Gewinnung des BaTri-Perkolates

2,5 g der gesiebten und gut gemischten Bodenprobe werden über Nacht mit einigen ml $BaCl_2$-Triäthanolamin-Lösung (BaTri-Lösung) in der später verwendeten Perkolationssäule eingeweicht. Am nächsten Tag wird der Boden zunächst mit 50 ml (abzügl. der zum Einweichen verwendeten Lösungsmenge) BaTri-Lösung und anschließend in das gleiche Auffanggefäß mit 50 ml 0,1 M $BaCl_2$-Lösung (ungepuffert) perkoliert. Durch Regelung der Tropfgeschwindigkeit mittels Hahn oder Pumpe muss eine Gesamtperkolationsdauer von möglichst 5 Stunden, mindestens jedoch 4 Std. sichergestellt werden.

Anmerkungen:

1. Die in der Perkolationsapparatur verwendeten Materialien (Gefäße, Filter, Glaswolle, Schläuche, etc.) müssen vor der Benutzung mit einer $BaCl_2$-Lösung gespült werden. Am besten sind Kunststoff-Geräte geeignet, da selbst bei Duranglas-Geräten mit hohen Na-Blindwerten gerechnet werden muss.
2. Gelangen Bodenpartikel in den Auffangkolben, weil die Filterwatte oder der Glasfaser-Filter zerstört wurde oder nicht richtig eingelegt war, so muß die Perkolation mit einer frischen Bodenprobe wiederholt werden.
3. Bei sehr tonhaltigen Bodenproben können feinste Bodenpartikel den Glasfaser-Filter passieren. Da dies auch bei Perkolationswiederholung nicht zu verhindern ist, muß bei solchen Bodenproben das im Auffangkolben aufgefangene Perkolat sofort nach der Perkolation membranfiltriert werden.
4. Die beiden Perkolationen der Bodenproben sollten zusammen ca. 5 Stunden dauern, also werden etwa 20 ml pro Stunde perkoliert. Bei sandigen Böden kann die Perkolation zu schnell ablaufen. Wenn nach einer Stunde mehr als 25 ml durchgelaufen sind, sollte die Tropf- bzw. Pumpgeschwindigkeit herabgesetzt werden.
5. Bei stark tonhaltigen Bodenproben kann sich die Perkolationsdauer verlängern. Proben, bei denen die erste Perkolation (25 ml) nach 3 Stunden noch nicht annähernd durchgelaufen ist, werden abgebrochen und nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (gereinigt mit verd. HCl und anschließend H_2O_{demin}) im Verhältnis 1:1 erneut perkoliert.

b) Gewinnung des $MgCl_2$-Perkolats:

Zunächst muss das überschüssige $BaCl_2$ mit 50 ml H_2O_{demin} aus der Bodensäule gewaschen werden. Dies sollte in einer möglichst schnellen Perkolation geschehen. Die Waschlösung wird verworfen.

Die sorbierten Ba-Ionen werden anschließend mit 100 ml 0,1 M $MgCl_2$-Lösung zurückgetauscht. Auch hier muss die Perkolationsdauer mindestens 4 Std. betragen.

Anmerkungen:

1. Bei gipshaltigen Böden wird der Rücktausch erschwert und die Bestimmung der AK_t unmöglich.
2. Bei stark tonhaltigen Proben kann es vorkommen, dass die erste Perkolation mit BaTri-Lösung noch einigermaßen durchläuft, die 2. mit $MgCl_2$-Lösung jedoch nicht mehr. Auch in diesem Fall müssen die Perkolationen nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (gereinigt mit verd. HCl und anschließend H_2O_{demin}) im Verhältnis 1:1 wiederholt werden.

c) Bestimmung der Elemente in den Perkolationslösungen

In der Ba-Tri-Perkolationslösung werden die Elemente Ca, K, Mg und Na bestimmt.
In der $MgCl_2$-Perkolationslösung wird der Ba-Gehalt bestimmt.
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Ba	**4.1.5**
Ca	**11.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Na	**39.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die Mg- und Ba-Lösungen Spuren anderer Kationen (Na, K) enthalten. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche Mg- bzw. $BaCl_2$-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Perkolationen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

d) Berechnung der potentiellen Austauschkapazität

d.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE Ionenäquivalent in µmol/g
c Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
ÄG Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+ = 22,99 Ca^{2+} = 20,04 K^+ = 39,10 Mg^{2+} = 12,16
Ba^{2+} = 68,67

Anmerkungen:

1. Liegt die Kationensumme mehr als 10 % höher als die AK_t, so muß davon ausgegangen werden, dass sich $CaCO_3$ aufgelöst hat. In diesem Fall wird bei niedrigen Na-Werten die Differenz zwischen AK_t und Kationensummenwert vom Ca-Wert abgezogen.

d.2.) Berechnung der AK_t und der Basensättigung:

Die AK_t (in $\mu mol_c/g$ Boden) wird aus der gemessenen Ba-Konzentration im 2. Perkolat mit Hilfe der Gleichung in d.1. errechnet:

$$AK_t\ [\mu mol_c/g] = IE_{Ba}$$

Die Summe der Einzelkationen sollte mit der AK_t +/- 10 % übereinstimmen:

$$AK_t\ [\mu mol_c/g] = IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg}$$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKt:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKt} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden

a) DIN ISO 13536: Es liegen keine Informationen über die Vergleichbarkeit der Methode vor.

9. Literatur:

1. DIN ISO 13536 (Ausgabe 1997-04): Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der potentiellen Kationenaustauschkapazität und der austauschbaren Kationen unter Verwendung einer bei pH = 8,1 gepufferten Bariumchloridlösung (ISO 13536:1995)
2. König u. Fortmann (1996a): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 3: Gerätekurzanleitungen und Gerätekurzanleitungen Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 48, Geräteanleitung AKE2.1
3. König u. Fortmann (1996b): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKT2.1
4. Mehlich, A. (1953): Rapid determination of cation an anion change properties and pHe of soils, J. Assoc. off. Agric. Chem. 36, S. 445ff.
5. Meiwes, K.J. et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 17ff
6. Scheffer, Schachtschabel (1982): Lehrbuch der Bodenkunde, S. 93 ff, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart

ANHANG 1

Beschreibung einer halbautomatischen Perkolationsanlage zur Bestimmung der potentiellen Austauschkapazität (AK_t)
(aus: König u. Fortmann (1996a))

1. Grundlagen

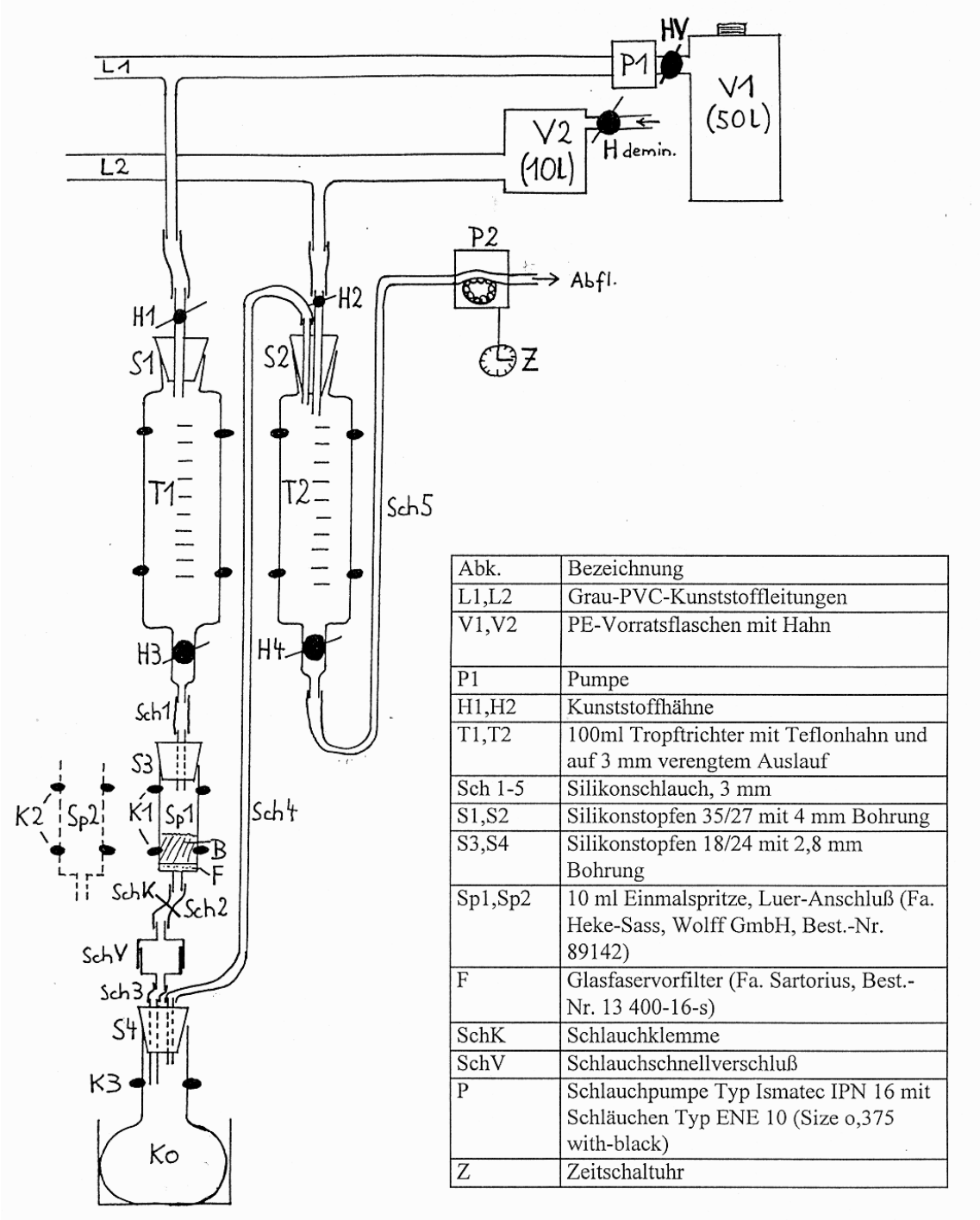
Die zur Bestimmung der AK_t nötigen Perkolate des Bodens werden mit Hilfe der AK_e-Anlage gewonnen, an der 45 Bodenperkolationen parallel durchgeführt werden können. Der Aufbau der Anlage ist in Abbildung 1, Seite 3 dargestellt; die dort verwendeten Anlagenteil-Bezeichnungen werden in der folgenden Methodenbeschreibung jeweils in Klammern angegeben. Im Gegensatz zur AK_e-Bestimmung wird bei der AK_t-Bestimmung zunächst eine zweigeteilte Perkolation mit Barium-Triäthanolamin (BaTri) und dann mit Bariumchlorid ($BaCl_2$), anschließend ein Waschschritt mit H_2O demin. und dann eine Rücktausch-Perkolation mit Magnesiumchlorid ($MgCl_2$) durchgeführt.

2. Vorbereitung der Anlage

- Im Vorratsgefäß (V1) werden für 1 Serie mit 120 Proben 10 l BaTri-Lösung und 10 l $BaCl_2$-Lösung in einer 25 l Vorratsflasche (siehe Untersuchungsmethode AKT1.1) angesetzt. Werden 2 Serien nacheinander perkoliert, so können für beide die Lösungen auf einmal angesetzt werden. Bei kleinen Serien ist es einfacher, auch die BaTri-Lösung in einer 25 l Vorratsflasche und nicht im Vorratsgefäß V1 anzusetzen und später die Tropftrichter von Hand zu befüllen.
- Mit der frischen $BaCl_2$-Lösung wird 1 Paket Glasfaservorfilter ca. 1 Std. eingeweicht und die Filter anschließend 3-4-mal mit $BaCl_2$-Lösung gespült.
- Zu Beginn einer Serie wird die AK_e-Anlage mit der frischen BaTri-Lösung wie folgt gespült:
  Hähne (H1) an den Tropftrichtern schließen, Hahn (HV) am Vorratsgefäß (V1) öffnen, Pumpe (P1) anschalten, ca. 2 l BaTri-Lösung durch das Rohr spülen, alle Tropftrichter (T1) durch Öffnen der Hähne H1 und H3 mit ca. 30 ml BaTri-Lösung spülen. (Bei kleinen Serien entfällt das Spülen des Rohres, da die Tropftrichter von Hand gefüllt werden.)
- Anschließend wird die Anlage mit BaTri-Lösung und H_2O wie folgt gefüllt:
  alle Hähne H1 bis H4 an den Tropftrichtern (T1 und T2) müssen zunächst geschlossen sein; durch Öffnen und Schließen der Hähne H1 werden die BaTri-Tropftrichter (T1) auf 45 ml gefüllt; die H_2O-Tropftrichter (T2) werden durch Öffnen und Schließen der Hähne H2 bis zum Stopfen gefüllt (das Wasser läuft über eine Füllstandsanzeige am Hahn H_{demin} automatisch in das Vorratsgefäß (V2) nach); anschließend wird die Pumpe P1 ausgestellt. Bei kleinen Serien werden die BaTri-Tropftrichter mit einer mit BaTri-Lösung

gefüllten Spritzflasche auf 45 ml gefüllt; die Stopfen (S1) brauchen in diesem Fall nicht aufgesetzt werden.

- Die 100 ml Auffangkolben (Ko) werden in die vorgesehenen Halterungen gestellt und mit der Halteklammer (K3) befestigt. Dann werden die Stopfen (S4) durch leichtes Eindrehen so aufgesetzt, daß sie luftdicht schließen.



Abk.	Bezeichnung
L1,L2	Grau-PVC-Kunststoffleitungen
V1,V2	PE-Vorratsflaschen mit Hahn
P1	Pumpe
H1,H2	Kunststoffhähne
T1,T2	100ml Tropftrichter mit Teflonhahn und auf 3 mm verengtem Auslauf
Sch 1-5	Silikonschlauch, 3 mm
S1,S2	Silikonstopfen 35/27 mit 4 mm Bohrung
S3,S4	Silikonstopfen 18/24 mit 2,8 mm Bohrung
Sp1,Sp2	10 ml Einmalspritze, Luer-Anschluß (Fa. Heke-Sass, Wolff GmbH, Best.-Nr. 89142)
F	Glasfaservorfilter (Fa. Sartorius, Best.-Nr. 13 400-16-s)
SchK	Schlauchklemme
SchV	Schlauchschnellverschluß
P	Schlauchpumpe Typ Ismatec IPN 16 mit Schläuchen Typ ENE 10 (Size o,375 with-black)
Z	Zeitschaltuhr

3. Einweichen der Proben mit BaTri

- Ein mit $BaCl_2$-Lösung gespülter Glasfaservorfilter (F) wird mit einer Pinzette in eine 10 ml Kunststoffspritze (Sp1) gelegt (an der bereits der Schlauch (Sch2) mit dem Schlauchverbinder-Oberteil (SchV) aufgesteckt ist) und mit einem Kunststoffrohr nach unten geschoben.
- 2,5 g der getrockneten und gesiebten Bodenprobe werden auf einem Wägeschiffchen abgewogen und anschließend in die Spritze (Sp1) mit dem Filter eingefüllt.
- Die gefüllte Spritze wird in den dafür vorgesehenen Ständer geklemmt, der bis zu 45 Probenspritzen aufnehmen kann.

- Auf diese Weise werden pro Lauf 45 Proben eingewogen. Eine davon muss jeweils der AK_t-Bodenstandard sein.
- Mit dem Spritzenständer geht man zur AKe-Anlage und hängt die Spritzen der Reihe nach in die Halteklammern (K1) der Anlage. Dann werden die Schlauchschnellverbindungen (SchV) an den Auffangkolben (Ko) angeschlossen und die Schläuche (Sch2) mit Schlauchklemmen (SchK) abgeklemmt.
- Auf jede Probe in den Spritzen werden ca. 3 ml BaTri-Lösung mit einer Spritzflasche gegeben und dabei gegebenenfalls an der Spritzenwand hängendes Bodenmaterial nach unten gespült.
- Mit einem kleinen Spatel werden Boden und BaTri-Lösung vorsichtig solange verrührt, bis sich keine Luftblasen mehr in dem Bodenbrei befinden. (Vorsicht! Filter beim Rühren nicht beschädigen. Es darf kein Boden am Filter vorbeigerührt werden!) Anschließend wird der am Spatel hängende Boden mit BaTri-Lösung in die Spritze gespült und die Spritze bis 8 ml aufgefüllt.
- Proben, bei denen viel organisches Material obenauf schwimmt, sollten von oben mit einem 2. Filter (F) etwas nach unten gedrückt werden, damit die Probe vollständig in BaTri-Lösung eingeweicht wird.
- Sind alle Proben mit BaTri-Lösung versetzt, werden die Stopfen (S1) mit leichten Drehbewegungen auf die Spritze (Sp1) gesetzt, so daß luftdichter Verschluss gewährleistet ist.
- Man läßt die Proben über Nacht einweichen.

4. Starten des 1. Perkolationslaufes (Phase 1: BaTri)

- Zunächst werden alle Schlauchklemmen (SchK) geöffnet, sodann alle Hähne (H4) der mit Wasser gefüllten Tropftrichter (T2).
- Nun werden die Schlauchpumpen angestellt. Die Pumpgeschwindigkeit muss auf 32 eingestellt und die Schlauchandruckhebel müssen in Pos. 11 eingerastet sein (bei Schlauchtyp Ismatec ENE10 size 0,375 with-black).
- Danach werden alle Hähne (H3) der mit BaTri-Lösung gefüllten Tropftrichter (T1) geöffnet. Die Perkolation beginnt. (Achtung: bei unbesetzten Plätzen der Ake-Anlage müssen die Hähne H3 und H4 geschlossen bleiben und die entsprechenden Schlauchandruckhebel an der Pumpe hochgestellt werden!)

5. Notwendige Prüfungen während eines Perkolationslaufes

- Während eines Perkolationslaufes muß mehrmals jeder einzelne Kanal auf die Dichtigkeit aller Stopfen- und Schlauchverbindungen überprüft werden. Tritt an irgendeiner Stelle BaTri-Lösung aus oder wird Luft eingesaugt, so muss bei diesem Kanal die Perkolation abgebrochen und am nächsten Tag mit frischem Boden wiederholt werden. Die BaTri-Zufuhr ist durch Schließen des Hahns (H3) zu stoppen.
- Gelangen Bodenpartikel in den Kolben (Ko), weil der Filter (F) zerstört wurde oder nicht richtig eingelegt war, so muss ebenfalls die Perkolation mit einer frischen Bodenprobe wiederholt werden.
- Bei Perkolationsabbruch einzelner Kanäle müssen die Schlauchandruckhalterungen der jeweiligen Kanäle gelöst werden. Dies ist auch während einer Perkolation bei laufender Pumpe möglich.
- Bei sehr tonhaltigen Bodenproben können feinste Bodenpartikel den Glasfaservorfilter passieren. Da dies auch bei Perkolationswiederholung nicht zu verhindern ist, muss bei solchen Bodenproben das im Kolben (Ko) aufgefangene Perkolat sofort nach der Perkolation membranfiltriert werden.
- Die Perkolation der Bodenproben dauert etwa 2,5 Stunden, also werden etwa 20 ml pro Stunde perkoliert. Bei sandigen Böden kann die Perkolation zu schnell ablaufen. Wenn nach einer Stunde mehr als 30 ml durchgelaufen sind, sollte die Pumpgeschwindigkeit auf 25 herabgesetzt werden oder durch leichtes Zudrehen des Hahns H3 die Perkolationsgeschwindigkeit gebremst werden. Bei stark tonhaltigen Bodenproben kann sich die Perkolationsdauer verlängern. Sind nach 3 Stunden noch mehr als 10 ml BaTri-Lösung im Tropftrichter (T1), so wird die Pumpgeschwindigkeit auf 50 heraufgesetzt, um die restliche BaTri-Lösung beschleunigt durch die Bodensäule zu ziehen. Proben, die nach 3,5 Stunden noch nicht annähernd durchgelaufen sind, werden abgebrochen und nach Mischen mit gereinigtem Quarzsand (mit verd. HCl und anschließend H_2O demin gewaschen) im Verhältnis 1:1 erneut perkoliert (je 1,25 g Boden und Sand; bei sehr geringer AK_t je 2,5 g).

6. Arbeitsschritte nach Beendigung der Phase 1 (BaTri) des Perkolationslaufes und zum Start der Phase 2 ($BaCl_2$)

- Die Perkolation (Phase 1) eines jeden Kanals ist beendet, wenn die BaTri-Lösung bis an die Oberkante des Hahns (H3) aus dem Tropftrichter (T1) gelaufen, der Schlauch (Sch1) und das Röhrchen im Stopfen (S3) jedoch noch gefüllt ist. In diesem Moment wird für jeden Kanal der Hahn H3 kurz geschlossen.
- Mit einer Spritzflasche werden 45 ml $BaCl_2$-Lösung in den jeweiligen Tropftrichter eingefüllt und der Hahn H3 gleich wieder geöffnet, so daß die Perkolation fortgesetzt wird.

7. Arbeitsschritte nach Beendigung des Perkolationslaufes

- Die Perkolation eines jeden Kanals ist beendet, wenn die gesamte $BaCl_2$-Lösung aus dem Tropftrichter (T1) durch die Bodensäule in der Spritze (Sp1) perkoliert ist und die Säule trockengesaugt ist.

- Die Pumpen (P2) werden gestoppt und alle Tropftrichter-Hähne (H3 und H4) geschlossen.
- Zum Herausnehmen der Auffangkolben (Ko) werden zuerst die Stopfen (S3) aus den Spritzen gedreht, die Schlauchschnellverbindungen (SchV) geöffnet und dann die Stopfen (S4) aus den Kolben (Ko) gezogen. Dann werden die Messkolben (Ko) aus den Halterungen (K3) genommen, auf 100 ml mit $BaCl_2$-Lösung aufgefüllt, mit einem Stopfen verschlossen, umgeschüttelt und die Perkolate in beschriftete 100 ml Weithals-Polyethylen-Flaschen umgefüllt. (Trübe Lösungen müssen sofort membranfiltriert werden!)

8. Vorbereitung des 2. Perkolationslaufes (Rücktausch)

- Die Tropftrichter (T1) mit Schlauch (Sch1) und Stopfen (S3) werden gründlich mit H_2O demin. gespült, indem ein Becherglas unter den Stopfen (S3) gehalten und bei geöffnetem Hahn (H3) mit einer Spritzflasche H_2O demin. durch Tropftrichter, Schlauch und Stopfen gespült werden.
- Nach Schließen der Hähne (H3) werden jeweils 25 ml H_2O demin. mit einer Spritzflasche in die Tropftrichter (T1) gefüllt, mit denen die Bodensäulen vor der Rücktausch-Perkolation $BaCl_2$-frei gewaschen werden.
- Es werden die entleerten Auffangkolben (Ko) in die Halterungen (K3) gestellt und die Stopfen (S4) auf die Kolben gesetzt.
- Mit einer Spritzflasche werden vorsichtig ca. 5 ml H_2O demin. so in die Spritze mit der Bodensäule gegeben, daß Boden- und $BaCl_2$-Lösungsreste nach unten gespült werden, ohne daß die Bodensäule aufgewirbelt wird.
- Die Pumpgeschwindigkeit der Schlauchpumpen (P2) wird auf 100 hochgesetzt und die Pumpen angestellt. (Muß aus Zeitgründen der Waschvorgang über Nacht laufen, so muss durch Einstellen der Zeitschaltuhr (Z) auf 2,5 Std. dafür gesorgt werden, daß die Pumpen nachts automatisch ausgestellt werden!)
- Die Stopfen (S3) werden auf die Spritzen gesetzt und die Hähne (H3) der Tropftrichter (T1) geöffnet.
- Der Bodensäulen-Waschvorgang ist beendet, wenn das Wasser aus den Tropftrichtern (T1) vollständig durch die Bodensäule perkoliert ist und die Säulen trockengelaufen sind.
- Dann werden die Hähne (H3 und H4) an den Tropftrichtern (T1 und T2) geschlossen, die Pumpen (P2) gestoppt und die Geschwindigkeit wieder auf 32 gestellt.
- Zum Herausnehmen der Kolben (Ko) mit dem Spülwasser werden die Stopfen (S3) auf den Spritzen, die Schlauchschnellverbindungen (SchV) und die Stopfen (S4) auf dem Kolben gelöst und die Kolben herausgenommen. Der Kolbeninhalt wird verworfen.
- Dann werden neue Kolben (Ko) in die Halterung (K3) gesetzt, die Stopfen (S4) wieder aufgesetzt und die Schlauchschnellverbindungen (SchV) geschlossen.
- Anschließend wird die Ak_e-Anlage für die Rücktausch-Perkolation mit 90 ml $MgCl_2$-Lösung (siehe Methodenbeschreibung AKT1.1) in den Tropftrichtern (T1) und H_2O demin in den Tropftrichtern (T2) befüllt (siehe 2.).
- Auf die Schläuche (Sch2) werden die Schlauchklemmen (SchK) gesetzt und vorsichtig die Spritzen (Sp1) mit den Bodensäulen mit $MgCl_2$-Lösung mittels

einer Spritzflasche auf 8 ml aufgefüllt. Anschließend werden die Stopfen (S3) auf die Spritzen gesetzt.

9. Starten des 2. Perkolationslaufes (Rücktausch)

(in der Regel wird die 2. Perkolation abends gestartet und läuft über Nacht!)

- Zunächst werden alle Schlauchklammern (SchK) geöffnet, sodann alle Hähne (H4) der mit Wasser gefüllten Tropftrichter (T2).
- Nun werden die Schlauchpumpen angestellt. Die Pumpgeschwindigkeit muss auf 32 eingestellt und die Schlauchandruckhebel müssen in Pos. 11 eingerastet sein (bei Schlauchtyp Ismatec ENE10 size 0,375 with-black).
- Danach werden alle Hähne (H3) der mit $MgCl_2$-Lösung gefüllten Tropftrichter (T1) geöffnet. Die Perkolation beginnt. (Achtung: bei unbesetzten Plätzen der Ake-Anlage müssen die Hähne H3 und H4 geschlossen bleiben und die entsprechenden Schlauchandruckhebel an der Pumpe hochgestellt werden!)
- Alle Verbindungen müssen auf Dichtigkeit geprüft werden. Kanäle mit undichten Stellen werden sofort gestoppt und am nächsten Tag mit der gleichen Bodensäule nochmals gestartet; die ersten Lösungstropfen im Auffangkolben (Ko) dürfen nicht verworfen werden!

10. Arbeitsschritte nach Beendigung des 2. Perkolationslaufes

- Die Perkolation eines jeden Kanals ist am nächsten Morgen beendet, wenn die gesamte $MgCl_2$-Lösung aus dem Tropftrichter (T1) durch die Bodensäule in der Spritze (Sp1) perkoliert ist und die Säule trockengesaugt ist.
- Die Pumpen (P2) werden gestoppt und alle Tropftrichter-Hähne geschlossen.
- Zum Herausnehmen der Auffangkolben (Ko) werden zuerst die Stopfen (S3) aus den Spritzen gedreht, die Schlauchschnellverbindungen (SchV) geöffnet und dann die Stopfen (S4) aus den Kolben (Ko) gezogen. Dann werden die Meßkolben (Ko) aus den Halterungen (K3) genommen, auf 100 ml mit $MgCl_2$-Lösung aufgefüllt, mit einem Stopfen verschlossen, umgeschüttelt und die Perkolate in beschriftete 100 ml Weithals-Polyethylen-Flaschen umgefüllt. (Trübe Lösungen müssen sofort membranfiltriert werden!)
- Die Spritzen (Sp1) mit dem Bodenmaterial incl. Schlauch (Sch2) und Schnellverschluss (SchV) werden aus den Halteklammern (K1) herausgenommen, Boden und Filter über einem Sieb herausgeklopft oder mit einem Wasserschlauch leergespült und die Spritzen gründlich 3-4 mal mit H_2O demin. gespült und getrocknet.
- Die Schläuche (Sch3) und das im Stopfen (S4) befindliche Glasrohr werden mit Hilfe einer Spritzflasche mit H_2O demin gespült (Becherglas unterhalten!).
- Wird die Anlage am nächsten Tag nicht betrieben, so müssen auch die Tropftrichter (T1), die Schläuche (Sch1) und die Glasröhrchen in den Stopfen (S3) mit H_2O demin. gespült werden.

11. Spülen/Stilllegen der Anlage

- Zum Wochenende oder bei längeren Betriebspausen der Anlage sollte die Anlage gründlich mit H_2O demin. gespült werden. Dazu wird das Vorratsgefäß V1 vom Anschlußschlauch abgeschraubt und der Schlauch in ein 5 l-Gefäß

mit H_2O demin gesteckt. Dann wird die Pumpe P1 eingeschaltet und die Leitung L1 mit 2-3 l H_2O demin gespült. Anschließend werden alle Trichter (T1) mit H_2O demin. gefüllt und das Spülwasser über die Verbindung Spritze/Kolben (SchV, Sch3, S4) abgelassen. Danach wird alles nochmals mit H_2O demin. aus einer Spritzflasche durchgespült.

- Zum Trocknen werden die Stopfen (S1) von den Tropftrichtern (T1) abgenommen.
- Die graue PVC-Rückwand und die Kolbenhalteleiste werden gründlich abgewischt und so $BaCl_2$- und $MgCl_2$-Spritzer entfernt.

Boden Humus	effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e EU 1)	Level I+II
Norm:UNEP-UN/ECE Methode 9106SA In Anlehnung an DIN ISO 11260	**HBU: 3.7.2.1.a**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Kationenaustauschkapazität erfolgt durch Austausch der Kationen mit $BaCl_2$-Lösung. Der Boden wird dazu mit der $BaCl_2$-Lösung geschüttelt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die $BaCl_2$-Lösung ungepuffert ist.

$$2\ \begin{array}{c}\text{K Na Ca}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Mg } NH_4\end{array} + 7\ Ba^{2+} \rightarrow \begin{array}{c}\text{Ba Ba Ba Ba}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Ba Ba Ba}\end{array} + 2\ [Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mg^{2+} + NH_4^+]$$

Die Kationenkonzentrationen im Perkolat werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die Austauschkapazität.
Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Extraktion berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muß die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH]^{2+} + H^+$$

Auch austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode erfaßt werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Extraktion in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:

Zentrifuge mit Rotor
Zentrifugengläser (z.B. Polycarbonat), 25-50 ml
Schüttelmaschine
Kunststoff-Trichter
Schwarzband-Filter
Probenflaschen (PE)

4. Chemikalien:

Bariumchlorid: $BaCl_2 * 2\ H_2O$ p.a.

5. Lösungen:

0,1 M $BaCl_2$-Lösung: 122,14 g $BaCl_2$*2 H_2O p.a. werden in eine 5 l-Vorratsflasche gegeben und auf 5 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.2 und A1.3.1 oder A1.3.2

7. Durchführung:

a.) Gewinnung der $BaCl_2$-Extrakte der Bodenproben:

Je 2 g der Bodenproben werden in Zentrifugenröhrchen eingewogen und mit 20 ml 0,1 M $BaCl_2$-Lösung versetzt. Anschließend werden die verschlossenen Röhrchen auf eine Schüttelmaschine gelegt und 2 Std. geschüttelt. Danach werden die Röhrchen in der Zentrifuge mit mind. 3.000 * g ca. 15 min. zentrifugiert. Die überstehende Lösung in den Röhrchen wird schließlich über einen Kunststofftrichter mit Schwarzbandfilter in eine PE-Flasche überführt.

Anmerkungen:

1. Die verwendeten Filterpapiere sind mit der verwendeten BaCl2-Lösung zu konditionieren, da bei ungespülten Papieren die pH-Wert-Messung verfälscht werden kann.

b.) Bestimmung der Elemente im Extrakt:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der $BaCl_2$-Lösung sowohl vor der Extraktion als auch im Extrakt so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die Ba-Lösungen Spuren anderer Kationen (Na, K) enthalten. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche $BaCl_2$-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Extraktionen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salz-

frachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

c.) Berechnung der Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE Ionenäquivalent in µmol/g
c Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten $BaCl_2$-Lösung in ml (20 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (2 g)
ÄG Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Fe^{3+}	= 18,62	Al^{3+}	= 8,99
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_p}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0 pH-Wert der reinen $BaCl_2$-Lösung
V Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al) Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al) Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel für verschiedene pH(p)-Werte ist nachzulesen bei König u. Fortmann (1996).
Im Anhang 1 findet sich eine Tabelle mit dem Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte.

c.3.) Berechnung der AKe, der Austauschazidität und der Basensättigung:
Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$AK_e[\mu mol_c/g] = IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$AA\ [\mu mol/g] = IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl, Methode A3.2.1.1: Die Methoden liefern keine direkt vergleichbaren Ergebnisse. Es gibt jedoch gute Korrelationen zwischen beiden Methoden, die in Ausnahmefällen eine Umrechnung der Daten beider Methoden zulassen. (siehe König u. Bartens (1995))

9. Literatur:

1. BMELF (Hrg.), (1997): Dauerbeobachtungsflächen zur Umweltkontrolle im Wald, Level II, Methodenleitfaden, S. 23 f.
2. International Cooperative Programme on Assessment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests, BFH (Hrg.) (1994): Manual on Methods and criteria of the effects of air pollution and forests, 3. Edition, Hamburg: UNEP-UN/ECE Methode 9106SA
3. König, u. Bartens (1995): Untersuchung zur Vergleichbarkeit der Ake-Bestimmungen mittels $BaCl_2$-Extraktion (EG-Methode) und NH_4Cl-Perkolation (deutsche Methode); Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 44
4. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKEG1.1

ANHANG 1

Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte

(aus: König u. Fortmann (1996a))

pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor
		4,6	18,8	4,1	57,2	3,6	179	3,1	563	2,6	1774
		4,59	19,2	4,09	58,5	3,59	1 83	3,09	576	2,59	1816
		4,58	19,6	4,08	59,9	3,58	187	3,08	590	2,58	1858
		4,57	20,1	4,07	61,3	3,57	192	3,07	604	2,57	1900
		4,56	20,5	4,06	62,7	3,56	196	3,06	618	2,56	1943
		4,55	21	4,05	64,1	3,55	201	3,05	632	2,55	1993
		4,54	21,4	4,04	65,6	3,54	205	3,04	647	2,54	2035
		4,53	21,9	4,03	67,1	3,53	210	3,03	662	2,53	2084
		4,52	22,4	4,02	68,6	3,52	215	3,02	677	2,52	2134
		4,51	22,9	4,01	70,2	3,51	220	3,01	693	2,51	2183
		4,50	23,4	4	71,8	3,5	225	3	709	2,5	2233
		4,49	23,9	3,99	73,5	3,49	230	2,99	721	2,49	2289
		4,48	24,4	3,98	75,1	3,48	235	2,98	743	2,48	2341
		4,47	25	3,97	76,9	3,47	241	2,97	757	2,47	2401
		4,46	25,5	3,96	78,6	3,46	246	2,96	778	2,46	2451
		4,45	26,1	3,95	80,4	3,45	252	2,95	792	2,45	2511
		4,44	26,7	3,94	82,3	3,44	258	2,94	813	2,44	2571
		4,43	27,3	3,93	84,2	3,43	264	2,93	827	2,43	2631
		4,42	27,9	3,92	86,2	3,42	270	2,92	848	2,42	2691
		4,41	28,5	3,91	88,1	3,41	276	2,91	870	2,41	2751
		4,4	29,2	3,9	90,1	3,4	283	2,9	891	2,4	2821
		4,39	29,8	3,89	92,2	3,39	289	2,89	912	2,39	2881
		4,38	30,5	3,88	94,3	3,38	296	2,88	933	2,38	2961
		4,37	31,2	3,87	96,5	3,37	303	2,87	954	2,37	3021
		4,36	31,9	3,86	98,7	3,36	310	2,86	976	2,36	3091
		4,35	32,6	3,85	101	3,35	317	2,85	997	2,35	3161
		4,34	33,4	3,84	103	3,34	325	2,84	1024	2,34	3241
		4,33	34,1	3,83	106	3,33	332	2,83	1046	2,33	3311
		4,32	34,9	3,82	108	3,32	340	2,82	1067	2,32	3391
		4,31	35,7	3,81	111	3,31	348	2,81	1095	2,31	3471
		4 3	36,5	3,8	113	3,3	356	2,8	1117	2,30	3551
4,8	12,2	4,29	37,3	3,79	116	3,29	364	2,79	1145	2,29	3631
4,79		4,28	38,2	3,78	118	3,28	373	2,78	1173	2,28	3721
4,78		4,27	39	3,77	121	3,27	381	2,77	1202	2,27	3801
4,77	13	4,26	39,9	3,76	124	3,26	390	2,76	1230	2,26	3891
4,76	13,3	4,25	40,8	3,75	127	3,25	399	2,75	1258	2,25	3981
4,75	13,6	4,24	41,7	3,74	130	3,24	408	2,74	1286	2,24	4071
4,74	13,9	4,23	42,7	3,73	133	3,23	418	2,73	1315	2,23	4171
4,73	14,2	4,22	43,9	3,72	136	3,22	430	2,72	1350	2,22	4271
4,72	14,5	4,21	44,7	3,71	139	3,21	438	2,71	1378	2,21	4371
4,71	14,8	4,20	45,1	3,70	142	3,20	448	2,70	1413	2,20	4471
4,7	15,1	4,19	46,7	3,69	146	3,19	458	2,69	1442	2,19	4571
4,69	15,5	4,18	47,3	3,68	149	3,18	469	2,68	1477	2,18	4681
4,68	15,8	4,17	48,9	3,67	152	3,17	480	2,67	1512	2,17	4791
4,67	16,1	4,16	50	3,66	156	3,16	491	2,66	1548	2,16	4901
4,66	16,5	4,15	51,1	3,65	159	3,15	502	2,65	1583	2,15	5001
4,65	16,8	4,14	52,3	3,64	163	3,14	514	2,64	1618	2,14	5131
4,64	17,2	4,13	53,5	3,63	167	3,13	526	2,63	1654	2,13	5251
4,63	17,6	4,12	54,7	3,62	170	3,12	538	2,62	1695	2,12	5371
4,62	18	4,11	56	3,61	175	3,11	551	2,61	1731	2,11	5501
4,61	18,4	4,10	57,2	3,60	179	3,10	563	2,60	1774	2,10	5621

Boden Humus	Effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e EU 2)	
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11260	**HBU: 3.7.2.1a**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Kationenaustauschkapazität erfolgt durch Austausch der Kationen mit $BaCl_2$-Lösung. Der Boden wird dazu mit der $BaCl_2$-Lösung geschüttelt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die $BaCl_2$-Lösung ungepuffert ist.

$$2\ \begin{array}{c}\text{K Na Ca}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Mg } NH_4\end{array} + 7\ Ba^{2+} \rightarrow \begin{array}{c}\text{Ba Ba Ba Ba}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Ba Ba Ba}\end{array} + 2\ [Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mg^{2+} + NH_4^+]$$

Die Kationenkonzentrationen im Perkolat werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die Austauschkapazität.
Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Extraktion berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muß die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH]^{2+} + H^+$$

Auch austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode erfaßt werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Extraktion in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:

Zentrifuge mit Rotor
Zentrifugengläser Polycarbonat 50 ml
Schüttelmaschine
Kunststoff-Trichter
100 ml Messkolben
Geeignete Papier-Filter
Probenflaschen (PE) 100 ml

4. Chemikalien:

Bariumchlorid: $BaCl_2 * 2\ H_2O$ p.a.

5. Lösungen:

0,1 M $BaCl_2$-Lösung: 122,14 g $BaCl_2$*2 H_2O p.a. werden in eine 5 l-Vorratsflasche gegeben und auf 5 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.2 und A1.3.1

7. Durchführung:

Die Durchführung erfolgt nach DIN ISO 11260.

a.) Gewinnung der $BaCl_2$-Extrakte:

Je 2,5 g der Boden- oder Humusproben werden in Zentrifugenröhrchen eingewogen und mit 30 ml 0,1 M $BaCl_2$-Lösung versetzt. Anschließend werden die verschlossenen Röhrchen auf eine Schüttelmaschine gelegt und 1 Std. geschüttelt. Danach werden die Röhrchen in der Zentrifuge mit mind. 3.000 * g ca. 10 min. zentrifugiert. Die überstehende Lösung in den Röhrchen wird schließlich über einen Kunststofftrichter in einen 100 ml Messkolben überführt. 2 weitere Male wird je 30 ml 0,1 M $BaCl_2$-Lösung zugesetzt, geschüttelt, zentrifugiert und die überstehende Lösung in den Messkolben abgefüllt. Danach wird der Meßkolben mit der 0,1 M $BaCl_2$-Lösung auf 100 ml aufgefüllt und der gesamte Extrakt über einen Kunststofftrichter mit geeignetem Papierfilter in eine PE-Flasche überführt.

b.) Bestimmung der Elemente im Extrakt:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der $BaCl_2$-Lösung sowohl vor der Extraktion als auch im Extrakt so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die Ba-Lösungen Spuren anderer Kationen (Na, K) enthalten. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche $BaCl_2$-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Extraktionen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

c.) Berechnung der Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE Ionenäquivalent in µmol/g
c Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten $BaCl_2$-Lösung in ml (100 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
ÄG Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Fe^{3+}	= 18,62	Al^{3+}	= 8,99
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_p}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0 pH-Wert der reinen $BaCl_2$-Lösung
V Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al) Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al) Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel für verschiedene pH(p)-Werte ist nachzulesen bei König u. Fortmann (1996).
Im Anhang 1 findet sich eine Tabelle mit dem Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte.

c.3.) Berechnung der AK_e, der Austauschazidität und der Basensättigung:
Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$AK_e[\mu mol_c/g] = IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$AA\ [\mu mol/g] = IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
---

9. Literatur:

1. DIN ISO 11260, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. (1997): Bodenbeschaffenheit – Bestimmung der effektiven Kationenaustauschkapazität und der Basensättigung unter Verwendung Bariumchloridlösung
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKEG1.1

ANHANG 1

Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte

(aus: König u. Fortmann (1996a))

pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor	pH	Faktor
		4,6	18,8	4,1	57,2	3,6	179	3,1	563	2,6	1774
		4,59	19,2	4,09	58,5	3,59	1 83	3,09	576	2,59	1816
		4,58	19,6	4,08	59,9	3,58	187	3,08	590	2,58	1858
		4,57	20,1	4,07	61,3	3,57	192	3,07	604	2,57	1900
		4,56	20,5	4,06	62,7	3,56	196	3,06	618	2,56	1943
		4,55	21	4,05	64,1	3,55	201	3,05	632	2,55	1993
		4,54	21,4	4,04	65,6	3,54	205	3,04	647	2,54	2035
		4,53	21,9	4,03	67,1	3,53	210	3,03	662	2,53	2084
		4,52	22,4	4,02	68,6	3,52	215	3,02	677	2,52	2134
		4,51	22,9	4,01	70,2	3,51	220	3,01	693	2,51	2183
		4,50	23,4	4	71,8	3,5	225	3	709	2,5	2233
		4,49	23,9	3,99	73,5	3,49	230	2,99	721	2,49	2289
		4,48	24,4	3,98	75,1	3,48	235	2,98	743	2,48	2341
		4,47	25	3,97	76,9	3,47	241	2,97	757	2,47	2401
		4,46	25,5	3,96	78,6	3,46	246	2,96	778	2,46	2451
		4,45	26,1	3,95	80,4	3,45	252	2,95	792	2,45	2511
		4,44	26,7	3,94	82,3	3,44	258	2,94	813	2,44	2571
		4,43	27,3	3,93	84,2	3,43	264	2,93	827	2,43	2631
		4,42	27,9	3,92	86,2	3,42	270	2,92	848	2,42	2691
		4,41	28,5	3,91	88,1	3,41	276	2,91	870	2,41	2751
		4,4	29,2	3,9	90,1	3,4	283	2,9	891	2,4	2821
		4,39	29,8	3,89	92,2	3,39	289	2,89	912	2,39	2881
		4,38	30,5	3,88	94,3	3,38	296	2,88	933	2,38	2961
		4,37	31,2	3,87	96,5	3,37	303	2,87	954	2,37	3021
		4,36	31,9	3,86	98,7	3,36	310	2,86	976	2,36	3091
		4,35	32,6	3,85	101	3,35	317	2,85	997	2,35	3161
		4,34	33,4	3,84	103	3,34	325	2,84	1024	2,34	3241
		4,33	34,1	3,83	106	3,33	332	2,83	1046	2,33	3311
		4,32	34,9	3,82	108	3,32	340	2,82	1067	2,32	3391
		4,31	35,7	3,81	111	3,31	348	2,81	1095	2,31	3471
		4 3	36,5	3,8	113	3,3	356	2,8	1117	2,30	3551
4,8	12,2	4,29	37,3	3,79	116	3,29	364	2,79	1145	2,29	3631
4,79		4,28	38,2	3,78	118	3,28	373	2,78	1173	2,28	3721
4,78		4,27	39	3,77	121	3,27	381	2,77	1202	2,27	3801
4,77	13	4,26	39,9	3,76	124	3,26	390	2,76	1230	2,26	3891
4,76	13,3	4,25	40,8	3,75	127	3,25	399	2,75	1258	2,25	3981
4,75	13,6	4,24	41,7	3,74	130	3,24	408	2,74	1286	2,24	4071
4,74	13,9	4,23	42,7	3,73	133	3,23	418	2,73	1315	2,23	4171
4,73	14,2	4,22	43,9	3,72	136	3,22	430	2,72	1350	2,22	4271
4,72	14,5	4,21	44,7	3,71	139	3,21	438	2,71	1378	2,21	4371
4,71	14,8	4,20	45,1	3,70	142	3,20	448	2,70	1413	2,20	4471
4,7	15,1	4,19	46,7	3,69	146	3,19	458	2,69	1442	2,19	4571
4,69	15,5	4,18	47,3	3,68	149	3,18	469	2,68	1477	2,18	4681
4,68	15,8	4,17	48,9	3,67	152	3,17	480	2,67	1512	2,17	4791
4,67	16,1	4,16	50	3,66	156	3,16	491	2,66	1548	2,16	4901
4,66	16,5	4,15	51,1	3,65	159	3,15	502	2,65	1583	2,15	5001
4,65	16,8	4,14	52,3	3,64	163	3,14	514	2,64	1618	2,14	5131
4,64	17,2	4,13	53,5	3,63	167	3,13	526	2,63	1654	2,13	5251
4,63	17,6	4,12	54,7	3,62	170	3,12	538	2,62	1695	2,12	5371
4,62	18	4,11	56	3,61	175	3,11	551	2,61	1731	2,11	5501
4,61	18,4	4,10	57,2	3,60	179	3,10	563	2,60	1774	2,10	5621

Boden Humus	Basensättigung nach Kappen-Adrian	Länder (BB, MV)

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die Summe der basisch austauschbaren Kationen (S-Wert) wird durch Extraktion mit 0,1 M Salzsäure ermittelt.
Die Summe der löslichen und austauschbaren sauren Kationen (H-Wert) wird durch die Extraktion des Bodens mit einem schwach alkalischen Borat-Calciumchlorid-Gemisch (pH 8,5) bestimmt.
Die Gesamtsumme der löslichen und austauschbaren Kationen (T-Wert) ergibt sich rechnerisch als Summe der analytisch ermittelten Werte für S und H.
Der V-Wert (Basensättigungsgrad) ergibt sich ebenfalls rechnerisch nach:

$$V(\%) = \frac{S}{T} * 100$$

Anmerkung:

1. Die Bestimmung der Basensättigung nach Kappen-Adrian ist seit den frühen 50er-Jahren eine Standardmethode in der Standortskartierung und Forstbodenkunde der ehem. DDR und wird in den meisten der neuen Bundesländern auch heute noch routinemäßig angewandt.

Achtung!
Diese Methode ist nur für carbonatfreie Böden geeignet!

2. Störungen:

Für karbonathaltige Böden ist dieses Verfahren nicht geeignet.
Bei stärker gefärbten Lösungen, z.B. aus eisenreichen Sanden, oder auch bei Ausflockungen während der Titration mit 0,1 M NaOH ist die Erkennung des Indikatorumschlages schwierig und kann daher zu einer geringeren Reproduzierbarkeit der Ergebnisse führen. Hier ist auf jeden Fall die potentiometrische Titration zu empfehlen. Hohe Mangan-Konzentrationen (z.B. aus Konkretionen) können zu überhöhten S-Werten führen.

3. Geräte und Zubehör:

Titrator
Alternativ: Bürette und Rührer
250 ml- und 500 ml-PE-Flaschen mit Verschluss
Filterpapier (Schwarzband)

4. Chemikalien:

Salzsäure (HCl) 0,1 M
Natronlauge (NaOH) 0,1 M
Natriumhydroxid (NaOH) p.a.
Borsäure (H_3BO_3) p.a.

Calciumchlorid ($CaCl_2$ * 6 H_2O) p.a.
Methylrot, Indikator
Methylenblau
Ethanol, vergällt mit Ethylmethylketon, p.a.

5. Lösungen:

Borat-Lösung: 124 g H_3BO_3 + 40 g NaOH werden in einem 10 l Gefäß eingewogen und mit H_2O_{demin} auf 10 l aufgefüllt

Calciumchlorid-Lösung: 55 g $CaCl_2$ 6 H_2O werden in ein Gefäß eingewogen und in 3,5 l 0,1 M HCl gelöst

Borat-Calciumchlorid-Lösung: 6,5 l Borat-Lösung und 3,5 l Calciumchlorid-Lösung werden in einem 10 l Gefäß gemischt (= pH 8,5; 50 ml des Gemisches müssen 13,8-14,3 ml 0,1 M HCl verbrauchen).

Tashiro-Indikatorlösung: 100 ml Methylrot 0,2 % in Ethanol und 100 ml Methylenblau 0,1 % in Ethanol mischen (falls nicht potentiometrisch gearbeitet wird)

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:
a.) S-Wert-Bestimmung:
20 g lufttrockener, gesiebter Mineralboden oder 10 g lufttrockener, gesiebter Humus (jeweils < 2mm) werden in 250 ml PE-Flaschen eingewogen und mit 100 ml 0,1 M HCl versetzt. Nach dem Verschließen der Flaschen werden sie per Hand gut durchgeschüttelt und 24 Stunden stehen gelassen. Anschließend wird die Suspension filtriert.
25 ml des Filtrates werden potentiometrisch mit 0,1 M NaOH auf pH 5,2 titriert (oder auf den Indikatorfarbumschlag von violett nach grün) und der NaOH-Verbrauch bestimmt.
Der S-Wert wird berechnet nach:

S-Wert ($mmol_c$ /100g Boden) = ((a-b)*4*10/E) * (100/(100-fo))

a = Titrationswert des Leeransatzes (Blindwertes) in ml
b = Titrationswert der Probe in ml
4 = Mengenverhältnis von Extraktionslösung zur Titrationsvorlage
E = Einwaage in g
fo = Wassergehalt des Bodens in %
10 = Faktor zur Umrechnung von 0,1 M Lösung auf $mmol_c$

b.) H-Wert-Bestimmung:
10 g lufttrockener, gesiebter Mineralboden oder 5 g lufttrockener, gesiebter Humus (< 2mm) werden in 500 ml-PE-Flaschen mit 250 ml Borat-Calziumchlorid-Lösung versetzt. Nach dem Verschließen der Flaschen werden sie per Hand gut durchgeschüttelt und 24 Stunden stehen gelassen. Danach werden sie noch einmal durchgeschüttelt und die Suspension filtriert.

50 ml des klaren Filtrates werden potentiometrisch mit 0,1 M HCl auf pH 6,0 titriert (oder auf den Indikatorumschlag von grün nach violett) und der HCl-Verbrauch bestimmt.
Der H-Wert wird berechnet nach:

H-Wert ($mmol_c$ /100g Boden) = ((c-d)*5*10/E) * (100/(100-fo))

c = Titrationswert des Leeransatzes (Blindwertes) in ml
d = Titrationswert der Probe in ml
5 = Mengenverhältnis von Extraktionslösung zur Titrationsvorlage
E = Einwaage in g
fo= Feuchtigkeitsgehalt des Bodens in %
10 = Faktor zur Umrechnung von 0,1 M Lösung auf $mmol_c$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl, Methode A3.2.1.1: Die Methoden führen nicht zu vergleichbaren Ergebnissen. Zum Methodenvergleich siehe u.a. Kopp (1982), Autorenkollektiv (1996) und Konopatzky u.a. (1999).
b) potentielle Kationenaustauschkapazität mit $BaCl_2$ Methode A3.2.1.2: Die Methoden führen nicht zu vergleichbaren Ergebnissen. Zum Methodenvergleich siehe u.a. Kopp (1982), Autorenkollektiv (1996) und Konopatzky u.a. (1999).

9. Literatur:

1. Autorenkollektiv des Landesamtes für Forstplanung Mecklenburg-Vorpommern (1996): Erkundungsergebnisse zur Bodenzustandsentwicklung in den Wäldern Mecklenburg-Vorpommerns zugleich Ergebnisse der Bodenzustandserhebung. Hsg. vom Ministerium für Landwirtschaft und Naturschutz des Landes Mecklenburg-Vorpommern, Schwerin, S. 47-50
2. Fiedler, Hoffmann, Höhne, Lentschig (1965): Die Untersuchung der Böden. Band 2. Verlag Theodor Steinkopff. Dresden und Leipzig, S. 60ff.
3. Konopatzky et. al. (1999): Standortskundliche Anfangsbefunde auf den Dauerbeobachtungsflächen Brandenburgs. Beitr. Forstwirtsch. u. Landsch.ökol. 33, 107-113
4. Kopp (1982): Grundlagen der Landnutzung am Beispiel des Tieflandes der DDR. Akademie-Verlag Berlin, S. 39ff.
5. VEB Forstprojektierung Potsdam, Labor Eberswalde (1988): Arbeitsvorschrift zur Bestimmung der Sorptionsverhältnisse von Waldböden nach KAPPEN-Adrian

Anmerkungen:

1. Messtechnische Details können erfragt werden bei: Landesforstanstalt Eberswalde, Möllerstraße 1, 16225 Eberswalde

Boden	Effektive Kationenaustauschkapazität nach Bach (AK_e Schleswig-Holstein)	Länder (SH)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der AK_e erfolgt durch Austausch der Kationen mit $SrCl_2$-Lösung. Um einen vollständigen Austausch zu erreichen, wird eine Bodensäule mit großem Überschuß an Sr^{2+}-Ionen (0,1 M $SrCl_2$-Lösung) perkoliert. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da es sich um eine ungepufferte Lösung eines Neutralsalzes handelt.

$$\begin{array}{c}\text{K Na Ca Mg Mn}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Al Fe } NH_4 \text{ H}\end{array} + 8\,Sr^{2+} \rightarrow \begin{array}{c}\text{Sr Sr Sr Sr}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Sr Sr Sr Sr}\end{array} + Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + H^+ + Mg^{2+} + NH_4^+$$

Anschließend wird die Bodensäule mit Wasser $SrCl_2$-frei gespült und danach die eingetauschten Sr^{2+}-Ionen mit einer Magnesiumchloridlösung (0,1 M $MgCl_2$-Lösung) zurückgetauscht.

$$\begin{array}{c}\text{Sr Sr Sr Sr}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Sr Sr Sr Sr}\end{array} + 8\,Mg^{2+} \rightarrow \begin{array}{c}\text{Mg Mg Mg Mg}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Mg Mg Mg Mg}\end{array} + 8\,Sr^{2+}$$

Die Kationenkonzentrationen im 1. Perkolat werden ebenso wie die Sr-Konzentration im 2. Perkolat gemessen. Die Summe der Sr-Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die effektive Austauschkapazität. Aus der Differenz der Sr-Ionenäquivalente und der Summe der Kationen-Ionenäquivalenten kann der Anteil der Protonenäquivalente bestimmt werden. Durch diesen Rücktausch kann die effektive Austauschkapazität auch bei Böden mit „freier“ Bodenlösung, wie Carbonate oder Salze wie Natriumchlorid, bestimmt werden.

Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann auch aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Perkolation berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muß die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH)]^{2+} + H^+$$

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Perkolation in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:

Perkolationssäulen (mit einem Innendurchmesser von 2,8 cm (oben) bzw. 0,5 cm (Ausfluss) und einer lichten Höhe von 25 cm)

Verbandswatte als Filterwatte
200 ml Stohmannkolben mit Stopfen
Messbecher 10 ml
Messbecher 5 ml
Halter mit Dosiereinrichtung
oder:
Perkolationsanlage (siehe Anhang 1)

Anmerkung:
1. Alle Glasgeräte müssen aus Duranglas hergestellt sein.

4. Chemikalien:
Strontiumchlorid: $SrCl_2 * 6 H_2O$ p.a.
Magnesiumchlorid : $MgCl_2 * 6 H_2O$ p.a.
Seesand, mit Salzsäure gereinigt

5. Lösungen:
0,1 M $SrCl_2$-Lösung: 26,66 g $SrCl_2 * 6 H_2O$ p.a. werden in eine 1 l-Vorratsflasche gegeben und auf 1 l mit H_2O demin. aufgefüllt.
0,1 M $MgCl_2$-Lösung: 20,33 g $MgCl_2 * 6 H_2O$ p.a. werden in eine 1 l-Vorratsflasche gegeben und auf 1 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:
a) Gewinnung der $SrCl_2$-Perkolate der Bodenproben:
Die Perkolationssäulen werden in folgender Reihenfolge vorbereitet:
1. Eingabe von 2 g Watte als Basisdichtung
2. Zugabe eines Messbechers 5 ml Seesand
3. Zugabe von 5 g luftgetrockneter, auf 2 mm abgesiebter Bodenprobe, die mit einem Messbecher 10 ml Seesand vermischt ist (Blindprobe ohne Bodenprobe)
4. Aufgabe eines Messbechers 5 ml Seesand

Der Inhalt der Perkolationssäule wird 10-mal mit 20 ml 0,1 M $SrCl_2$-Lösung perkoliert, das jeweils nächste Lösungsquantum wird erst dann zugegeben, wenn die vorherige Zugabe durchgelaufen ist. Das Perkolat wird im untergestellten Stohmannkolben aufgefangen. Der gesamte Perkolationsvorgang dauert je nach Probenkonsistenz 1 bis 3 Stunden. Nach Beendigung der Perkolation wird mit der 0,1 M $SrCl_2$-Lösung bis zur Eichmarke (200 ml) aufgefüllt.

b) Gewinnung der MgCl2-Perkolates (Rücktausch)
Zur Entfernung überschüssigen Strontiumchlorids wird die Perkolationssäule 6-mal mit 20 ml demin. Wasser perkoliert und das Eluat verworfen.
Zum Rücktausch der eingetauschten Sr^{2+}- Kationen wird die Bodenprobe analog zur vorhergegangenen Perkolation 10 - mal mit je 20 ml 0,1 M $MgCl_2$-Lösung behandelt und das Perkolat in 200 ml Stohmannkolben aufgefangen. Nach Beendigung der Perkolation wird mit der 0,1 M $MgCl_2$-Lösung bis zur Eichmarke (200 ml) aufgefüllt.

c) Bestimmung der Elemente in der Perkolationslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der $SrCl_2$-Lösung sowohl vor der Perkolation als auch im Perkolat so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die 0,1 M $SrCl_2$-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche $SrCl_2$-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Perkolationen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

d) Berechnung der effektiven Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

d.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE Ionenäquivalent in µmol/g
c Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten $SrCl_2$-Lösung in ml (200 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (5,0 g)
ÄG Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Fe^{3+}	= 18,62	Al^{3+}	= 8,99
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	Sr^{2+}	= 43,81
H^+	= 1,01						

d.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_p}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P	pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0	pH-Wert der reinen $SrCl_2$-Lösung
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al)	Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al)	Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel und eine Tabelle des Faktors F für verschiedene pH(p)-Werte sind nachzulesen bei König u. Fortmann (1996).

d.3.) Berechnung der AKe, der Austauschazidität und der Basensättigung:

Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$AK_e[\mu mol_c/g] = IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$AA\ [\mu mol/g] = IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

d.4.) Bestimmung der Ake und Protonenäquivalente aus dem Rücktausch:

Alternativ kann die Ak_e (in [µmolc/g Boden]) aus der gemessen Sr-Konzentration im 2. Perkolat mit Hilfe der Gleichung in d.1. errechnet werden:

AK_e [μmol_c/g Boden] = IE_{Sr}

Aus der Differenz der Summe der Kationenäquivalente und der so bestimmten AK_e können die Protonenäquivalente bestimmt werden.

$IE_H = AK_e$ [μmol_c/g Boden] – { $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe}$ }

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl, Methode A 3.2.1.1: Die Methode liefert nur sehr begrenzt vergleichbare Ergebnisse. (siehe Sänger-von Oepen et al. (1993))

9. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKE1.1
2. Sänger-von Oepen et al. (1993): Vorstellung der $SrCl_2$-Methode nach Bach zur Bestimmung der effektiven Austauschkapazität und Vergleich mit der NH_4Cl-methode; Z. Pflanzenern. Bodenk., 156, S. 311 ff

Anmerkungen:

1. Die $SrCl_2$ –Methode zur Ermittlung der effektiven Kationenaustauschkapazität von Böden wurde von Herrn Dr. H. Bach, einem ehemaligen Geochemiker des ehem. Geologischen Landesamtes Schleswig-Holstein entwickelt. Sie wird vornehmlich in Schleswig-Holstein eingesetzt. Details können erfragt werden bei: Landeslabor Schleswig-Holstein, Mercatorstraße 7, 24106 Kiel

Boden Humus	effektive Kationen-Austauschkapazität (Ake Bayern)	Länder (BY)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der AKe erfolgt durch Austausch der Kationen mit NH_4Cl-Lösung. Dazu wird der Boden mit 0,5 M NH_4Cl ausgeschüttelt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die NH_4Cl-Lösung ungepuffert ist und selbst einen pH-Wert von 4,7 - 4,85 hat.

$$\begin{array}{c}\text{K Na Ca Mg Mn}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Al Fe } NH_4 \text{ H}\end{array} + 15\ NH_4^+ \rightarrow \begin{array}{c}NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\\ \boxed{\text{Boden}}\\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\end{array} + Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + H^+ + Mg^{2+}$$

Die Kationenkonzentrationen im Extrakt werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die effektive Austauschkapazität.

Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Extraktion berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muß die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH)]^{2+} + H^+$$

Austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode nicht erfaßt werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

Achtung!
Diese Methode ist nur für **carbonatfreie Böden** geeignet!
Für carbonathaltige Böden ist die Methode A3.2.1.2 (potentielle Austauschkapazität) zu verwenden.

2. Störungen:

Organische Substanzen, die bei der Extraktion in Lösung gehen, können stören, da sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und somit sowohl nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen als auch die Protonenkonzentrationen durch Dissoziations- und Komplexierungsreaktionen beeinflussen können.

3. Geräte und Zubehör:
Horizontalschütteltisch mit Spannvorrichtungen
100 ml PE- Weithalsflaschen mit Schraubverschluss
Membran-Vakuumfiltrationsanlage
Membranfilter Cellulosenitrat 0,45 µm

4. Chemikalien:
Ammoniumchlorid: NH_4Cl suprapur (z. B. Merck 101143)
konzentrierte HNO_3 p.a.

5. Lösungen:

0,5 M NH_4Cl-Lösung:	347,69 g NH_4Cl s.p. werden in eine 20-l-Vorratsflasche gegeben und mit Reinstwasser auf 13 l aufgefüllt. (die angesetzte NH_4Cl-Lösung reicht für die Extraktion von 100 bis 110 Bodenproben)
Spülsäure:	konz. HNO_3 wird mit $H_2O_{demin.}$ auf 1 %-ige Lösung verdünnt

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:
a) Gewinnung der NH_4Cl-Extrakte:
Für Mineralböden werden 5,00 ± 0,01 g und für Auflagen 2,50 ± 0,01 g der auf < 2 mm abgesiebten und bei 105 °C getrockneten Probe in die 100 ml PE-Flaschen eingewogen. Man setzt 100 ml der frisch angesetzten NH_4Cl-Lösung hinzu und spannt die verschraubten Flaschen liegend auf den Horizontalschütteltisch.
Die Proben werden 2 Stunden geschüttelt, 12 bis 18 Stunden stehengelassen und erneut für 30 Minuten geschüttelt. Beim Schütteln soll der gesamte Bodensatz in der Flasche bewegt werden.
Anschließend werden die Suspensionen über einen 0,45 µm Membranfilter in eine zweite, saubere 100 ml PE-Flasche filtriert und bis zur Messung bei 4 °C aufbewahrt (Filtrate sind rund eine Woche lang haltbar). Die Filtrationsapparaturen werden vor der Probenserie einmalig mit 1%-iger HNO_3 und mit Reinstwasser gespült. Vor jeder Probe erfolgt dann ein Vorspülen mit dem entsprechenden Probenextrakt.

b) Bestimmung der Elemente in der Extraktionslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der NH_4Cl-Lösung sowohl vor der Extraktion als auch im Extrakt so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die 0,5 M NH_4Cl-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche NH_4Cl-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Extraktionen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

c) Berechnung der Ak_e , der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE Ionenäquivalent in µmol/g
c Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (5,0 bzw. 2,5 g)
ÄG Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Al^{3+}	= 8,99	Fe^{2+}	= 27,92
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_E} - 10^{-pH_L}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_E}}{0{,}88 * 10^{-5{,}85}}\right)}$$

IE_H	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_E	pH-Wert des Extraktes (Probe)
pH_L	pH-Wert der reinen NH_4Cl-Lösung
V	Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Bodenprobe in g (5,0 bzw. 2,5 g)
c(Al)	Aluminium-Konzentration im Extrakt in mg/l
M(Al)	Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

c.3.) Berechnung der AK_e, der Austauschazidität und der Basensättigung:

Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AK_e [$\mu mol_c/g$] = $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AA [µmol/g] = $IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl-Perkolation, Methode A3.2.1.1: Der Unterschied zur HFA-Methode A3.2.1.1 besteht in der Gewinnung der Extrakte und der rechnerischen Korrektur der Hydrolyse-Reaktion. Im Gegensatz zur Perkolation mit 1 M NH_4Cl wird hier eine Schüttelextraktion mit 0,5 M NH_4Cl im Verhältnis Boden:Lösung von 1:20 und anschließender Membranfiltration durchgeführt. Bei der rechnerischen Korrektur der Hydrolyse wird die H^+-Aktivität im Korrekturterm etwas anders berücksichtigt (vergleiche Berechnung unter Punkt 7). Diese Methode liefert deshalb nur bedingt vergleichbare Ergebnisse. Die Unterschiede zwischen den Berechnungsformeln dieser Methode und denen der der HFA-Methode A3.2.1.1 sind in der Praxis vernachlässigbar

9. Literatur:

1. Ulrich, B. (1966): Kationenaustausch-Gleichgewichte in Böden. Z. Pflanzenernähr. Bodenk. 113, 141 - 159

Boden Humus	effektive Kationen-Austauschkapazität (Ake Brandenburg / Mecklenburg-Vorpommern)	Länder (BB, MV)
Norm:	**HBU:**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der AKe erfolgt durch Austausch der Kationen mit NH_4Cl-Lösung. Dazu wird der Boden mit 0,5 M NH_4Cl ausgeschüttelt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die NH_4Cl-Lösung ungepuffert ist und selbst einen pH-Wert von 4,65 - 4,85 hat.

$$\begin{array}{c}\text{K Na Ca Mg Mn}\\ \boxed{\text{Boden}}\\ \text{Al Fe } NH_4 \text{ H}\end{array} + 15\ NH_4^+ \rightarrow \begin{array}{c}NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\\ \boxed{\text{Boden}}\\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\end{array} + Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + H^+ + Mg^{2+}$$

Die Kationenkonzentrationen im Extrakt werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Bodenmenge ist die effektive Austauschkapazität.

Die Protonenkonzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Extraktion berechnet werden. Da die Protonenkonzentrationen jedoch durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums verändert wird, muss die Protonenkonzentration in Abhängigkeit von der Al-Konzentration korrigiert werden.

$$[Al(H_2O)_6]^{3+} \leftrightarrow [Al(H_2O)_5OH)]^{2+} + H^+$$

Austauschbares NH_4^+ kann mit dieser Methode nicht erfaßt werden. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter.

Achtung!
Diese Methode ist nur für **carbonatfreie Böden** geeignet!
Für carbonathaltige Böden ist die Methode A3.2.1.2 (potentielle Austauschkapazität) zu verwenden.

Anmerkungen:

1. Die Bestimmung austauschbarer Kationen durch Extraktion mit 0,5 M Ammoniumchlorid-Lösung erfolgt im Land Brandenburg und in Mecklenburg-Vorpommern (sowie teilweise in Sachsen-Anhalt) seit etwa 1989. Sie löste die Extraktion mit unterschiedlichen Extraktionsmitteln für die einzelnen Nährstoffe ab. Wenn die Ergebnisse zur Ermittlung der Kationenaustauschkapazität dienen sollen, ist die Methode nur an carbonatfreien Bodenproben anzuwenden.

2. Störungen:
Organische Substanzen, die bei der Extraktion in Lösung gehen, können dadurch stören, dass sie Komplexbildungsreaktionen eingehen und damit auch nicht austauschbare Metalle in Lösung bringen.

3. Geräte und Zubehör:
Schüttelmaschine
500 ml-PE-Flaschen mit Verschluss
Filterpapier (z.B. Grünband)

4. Chemikalien:
Ammoniumchlorid: NH_4Cl p.a.

5. Lösungen:
0,5 M NH_4Cl-Lösung: 133,7g NH_4Cl p.a. werden in einen 5l-Messkolben gegeben und mit demin. Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:
a) Gewinnung der NH_4Cl-Extrakte der Bodenproben:
10 g Mineralboden oder 2 g Humus (jeweils lufttrocken, < 2mm) werden in 500 ml-PE-Flaschen mit 100 ml 0,5 M Ammoniumchlorid-Lösung versetzt und die verschlossenen Gefäße eine Stunde in einer Schüttelmaschine über Kopf geschüttelt. Nach kurzem Absetzen wird über einen Kunststofftrichter mit hartem Papierfilter in 50 ml-PE-Gefäße filtriert.

b) Bestimmung der Elemente in der Extraktionslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die H-Konzentration wird indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass der pH-Wert der NH_4Cl-Lösung sowohl vor der Extraktion als auch im Extrakt so bald wie möglich bestimmt wird.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist zu beachten, dass die 0,5 M NH_4Cl-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche NH_4Cl-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Extraktionen einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten und bei Bestimmung mittels ICP ein Argonbefeuchter verwendet werden.

c) Berechnung der effektiven Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE Ionenäquivalent in µmol/g
c Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (10,0 bzw. 2 g)
ÄG Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+	= 22,99	Ca^{2+}	= 20,04	Fe^{3+}	= 18,62	Al^{3+}	= 8,99
K^+	= 39,10	Mg^{2+}	= 12,16	Mn^{2+}	= 27,47	H^+	= 1,01

c.2.) Berechnung der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * \left(1 + \frac{10^{-pH_p}}{10^{-5{,}85}}\right)}$$

bzw. mit F = Faktor nach Ulrich/Prenzel

$$IE_H = \frac{(10^{-pH_p} - 10^{-pH_0}) * V * 1000}{EW * 0{,}88} - \frac{c(Al) * V}{EW * M(Al) * F}$$

IE_H Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0 pH-Wert der reinen NH_4Cl-Lösung
V Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (2,5 g)
c(Al) Aluminium-Konzentration im Perkolat in mg/l
M(Al) Molgewicht Aluminium in g/mol (26,98 g/mol)

Die Herleitung der Formel ist nachzulesen bei König u. Fortmann (1996).
Eine Tabelle des Faktors F für verschiedene pH(p)-Werte findet sich im Anhang 1.

c.3.) Berechnung der AK_e, der Austauschazidität und der Basensättigung:

Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AK_e [$\mu mol_c/g$] = $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_H$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

AA [µmol/g] = $IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_H$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_K + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) effektive Kationenaustauschkapazität mit NH_4Cl, Methode A 3.2.1.1: Der Unterschied zur HFA-Methode A3.2.1.1 besteht in der Gewinnung der Extrakte. Im Gegensatz zur Perkolation mit 1 M NH_4Cl wird hier eine Schüttelextraktion mit 0,5 M NH_4Cl im Verhältnis Boden:Lösung von 1:10 und anschließender Filtration durchgeführt. Bisher ist die Vergleichbarkeit nicht geprüft worden, Abweichungen sind aber zu erwarten.
b) effektive Kationenaustauschkapazität (Ak_e Bayern), Methode A3.2.1.7: Der Unterschied zur HFA-Methode A3.2.1.7 besteht in der Gewinnung der Extrakte. Im Gegensatz zur Ake Bayern wird hier eine Schüttelextraktion mit 0,5 M NH_4Cl im Verhältnis Boden:Lösung von 1:10 statt 1:20 durchgeführt. Bisher ist die Vergleichbarkeit nicht geprüft worden, Abweichungen sind möglich.

9. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKE1.1
2. Trüby, P., Aldinger, E. (1989): Eine Methode zur Bestimmung austauschbarer Kationen in Waldböden. Z. Pflanzenernähr. Bodenk., 152 S. 301 - 306.

ANHANG 1

Faktor F für verschiedene pH(p)-Werte

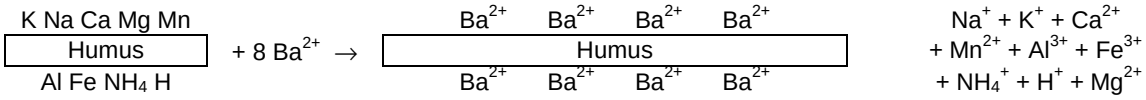
(aus: König u. Fortmann (1996a))

pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor		pH	Faktor
			4,6	18,8		4,1	57,2		3,6	179		3,1	563		2,6	1774
			4,59	19,2		4,09	58,5		3,59	1 83		3,09	576		2,59	1816
			4,58	19,6		4,08	59,9		3,58	187		3,08	590		2,58	1858
			4,57	20,1		4,07	61,3		3,57	192		3,07	604		2,57	1900
			4,56	20,5		4,06	62,7		3,56	196		3,06	618		2,56	1943
			4,55	21		4,05	64,1		3,55	201		3,05	632		2,55	1993
			4,54	21,4		4,04	65,6		3,54	205		3,04	647		2,54	2035
			4,53	21,9		4,03	67,1		3,53	210		3,03	662		2,53	2084
			4,52	22,4		4,02	68,6		3,52	215		3,02	677		2,52	2134
			4,51	22,9		4,01	70,2		3,51	220		3,01	693		2,51	2183
			4,50	23,4		4	71,8		3,5	225		3	709		2,5	2233
			4,49	23,9		3,99	73,5		3,49	230		2,99	721		2,49	2289
			4,48	24,4		3,98	75,1		3,48	235		2,98	743		2,48	2341
			4,47	25		3,97	76,9		3,47	241		2,97	757		2,47	2401
			4,46	25,5		3,96	78,6		3,46	246		2,96	778		2,46	2451
			4,45	26,1		3,95	80,4		3,45	252		2,95	792		2,45	2511
			4,44	26,7		3,94	82,3		3,44	258		2,94	813		2,44	2571
			4,43	27,3		3,93	84,2		3,43	264		2,93	827		2,43	2631
			4,42	27,9		3,92	86,2		3,42	270		2,92	848		2,42	2691
			4,41	28,5		3,91	88,1		3,41	276		2,91	870		2,41	2751
			4,4	29,2		3,9	90,1		3,4	283		2,9	891		2,4	2821
			4,39	29,8		3,89	92,2		3,39	289		2,89	912		2,39	2881
			4,38	30,5		3,88	94,3		3,38	296		2,88	933		2,38	2961
			4,37	31,2		3,87	96,5		3,37	303		2,87	954		2,37	3021
			4,36	31,9		3,86	98,7		3,36	310		2,86	976		2,36	3091
			4,35	32,6		3,85	101		3,35	317		2,85	997		2,35	3161
			4,34	33,4		3,84	103		3,34	325		2,84	1024		2,34	3241
			4,33	34,1		3,83	106		3,33	332		2,83	1046		2,33	3311
			4,32	34,9		3,82	108		3,32	340		2,82	1067		2,32	3391
			4,31	35,7		3,81	111		3,31	348		2,81	1095		2,31	3471
			4 3	36,5		3,8	113		3,3	356		2,8	1117		2,30	3551
4,8	12,2		4,29	37,3		3,79	116		3,29	364		2,79	1145		2,29	3631
4,79			4,28	38,2		3,78	118		3,28	373		2,78	1173		2,28	3721
4,78			4,27	39		3,77	121		3,27	381		2,77	1202		2,27	3801
4,77	13		4,26	39,9		3,76	124		3,26	390		2,76	1230		2,26	3891
4,76	13,3		4,25	40,8		3,75	127		3,25	399		2,75	1258		2,25	3981
4,75	13,6		4,24	41,7		3,74	130		3,24	408		2,74	1286		2,24	4071
4,74	13,9		4,23	42,7		3,73	133		3,23	418		2,73	1315		2,23	4171
4,73	14,2		4,22	43,9		3,72	136		3,22	430		2,72	1350		2,22	4271
4,72	14,5		4,21	44,7		3,71	139		3,21	438		2,71	1378		2,21	4371
4,71	14,8		4,20	45,1		3,70	142		3,20	448		2,70	1413		2,20	4471
4,7	15,1		4,19	46,7		3,69	146		3,19	458		2,69	1442		2,19	4571
4,69	15,5		4,18	47,3		3,68	149		3,18	469		2,68	1477		2,18	4681
4,68	15,8		4,17	48,9		3,67	152		3,17	480		2,67	1512		2,17	4791
4,67	16,1		4,16	50		3,66	156		3,16	491		2,66	1548		2,16	4901
4,66	16,5		4,15	51,1		3,65	159		3,15	502		2,65	1583		2,15	5001
4,65	16,8		4,14	52,3		3,64	163		3,14	514		2,64	1618		2,14	5131
4,64	17,2		4,13	53,5		3,63	167		3,13	526		2,63	1654		2,13	5251
4,63	17,6		4,12	54,7		3,62	170		3,12	538		2,62	1695		2,12	5371
4,62	18		4,11	56		3,61	175		3,11	551		2,61	1731		2,11	5501
4,61	18,4		4,10	57,2		3,60	179		3,10	563		2,60	1774		2,10	5621

Humus	Effektive Kationenaustauschkapazität in Humusauflagen (AKe Humus)	BZE (2)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der effektiven Austauschkapazität (AKe) in Humusproben erfolgt durch Austausch der Kationen mit $BaCl_2$-Lösung. Um einen vollständigen Austausch und gute Probenbenetzung zu erreichen, wird eine mit gereinigtem Sand gemischte Humusprobe mit einem Überschuss an Ba^{2+}-Ionen (0,1 mol/l $BaCl_2$-Lösung) perkoliert. Der Austausch findet bei humuseigenem pH statt, da die $BaCl_2$-Lösung ungepuffert ist.



Die Kationenkonzentrationen werden im Perkolat gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Humusmenge ist die effektive Austauschkapazität (AKe).
Die Protonen-Konzentration, die in diese Summe eingeht, kann aus der Differenz der pH-Werte vor und nach der Perkolation berechnet werden. Eine Veränderung der Protonen-Konzentration durch Hydrolyse-Reaktionen des Aluminiums kann vernachlässigt werden, da das Al nahezu vollständig mit Huminstoffen komplexiert vorliegt (GÖTTLEIN 1988, GÖTTLEIN 1998).
Auf die Bestimmung von austauschbarem NH_4^+ wird verzichtet. Der Fehler durch die Vernachlässigung des NH_4^+ liegt jedoch in der Regel bei 1 % oder darunter (MATSCHONAT u. MATZNER 1995)

2. Störungen:

Bei carbonathaltigen Humusproben (z. B. natürlich bedingt aufgrund von Bioturbation auf Kalkböden oder auch auf frischen Kalkungsflächen) werden die Carbonate teilweise aufgelöst. In diesen Fällen können die austauschbaren Anteile von Ca und Mg und damit die Basensättigung überschätzt werden (BLUM 2004).

3. Geräte und Zubehör:

10-ml-Einwegspritzen mit Luer-Anschluss als Perkolationssäulen
Glasfaservorfilter
PE-Messkolben 100 ml mit Stopfen oder PE-Flaschen 100 ml
Anlage zur Perkolation (siehe Anhang 1 oder alternativ Anhang 1 der Methode HFA A3.2.1.1)
Analysenwaage, Fehlergrenze 0,1 mg
Messkolben 5000 ml (Duran-Glas oder PE)

Anmerkung

a. Die im Anhang 1 beschriebene Apparatur entspricht einer vereinfachten Perkolationsapparatur nach Methode HFA A3.2.1.1. Für die Perkolation von

Humusproben können beide Varianten gleichermaßen eingesetzt werden.

4. Chemikalien:

Salpetersäure 65 % p. a.
Bariumchlorid-Dihydrat p. a.
gereinigter Quarzsand feinkörnig p. a.

5. Lösungen:

$BaCl_2$-Lösung, 0,1 mol/l: 104,13 g Bariumchlorid-Dihydrat werden in rund 4,5 Reinstwasser gelöst und mit Reinstwasser auf 5,00 l aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1 oder A1.3.2 (Trocknung und Siebung)

7. Durchführung:

a) Befüllen der Perkolationssäulen:

Als Perkolationssäulen werden 10-ml-Kunststoff-Einmalspritzen verwendet.

1. Einlegen des unteren Glasfaserfilters:

Der Stempel der Spritze wird herausgezogen und herausgenommen. Auf die obere Öffnung der Spritze wird mittig ein Glasfaserfilter gelegt und mit dem Stempel der Spritze bis zum unteren Ende geschoben. Dabei stanzt der Stempel ein genau passendes Stück des Filters aus. Anschließend wird der Stempel der Spritze wieder entfernt.

2. Einfüllen der Proben:

Man legt zunächst etwa 1 cm reinen Quarzsand in die Spritze vor. Danach werden 2 g der gesiebten Humusprobe (bei voluminösen L/Of-Proben ggf. weniger) eingewogen und mit einem Spatel mit dem Sand vermischt (Filter dabei nicht beschädigen). Bei voluminösen Proben wird das Einwiegen in zwei Portionen mit weiterem Quarzsandzusatz aufgeteilt. Die Füllung muss soviel Quarzsand enthalten, dass sie praktisch hohlraumfrei ist und sollte am Schluss einen Abstand zum oberen Rand der Spritze von 2,5 cm nicht unterschreiten. Dieser Freiraum ist für eine gleichmäßige Verteilung der Perkolationslösung über der Säule notwendig.

3. Einlegen des oberen Glasfaserfilters:

Wie beim Einlegen des unteren Filters wird ein zweites Glasfaserfilter auf die obere Öffnung der Spritze gelegt und das ausgestanzte Stück mit dem Stempel der Spritze bis zur Oberkante der Füllung geschoben. Bei voluminösen Proben wird die Füllung mit dem Stempel leicht zusammengedrückt und verdichtet. Anschließend wird der Stempel der Spritze wieder entfernt. Das obere Glasfaserfilter verhindert später das Aufschwimmen der Humuspartikel während der Perkolation. Es ist wichtig, dass dieses Filter waagerecht (nicht schräg!) in der Spritze platziert ist.

Anmerkungen:

1. Aufgrund der geringen Einwaage von 1 bis 2 g ist auf eine gute Homogenisierung der Humusprobe zu achten.
2. Bei Na-armen Humusproben empfiehlt sich das Konditionieren (Vorspülen) der Glasfaservorfilter mit $BaCl_2$-Lösung.

3. Bei der Verfahrenseinführung in die Praxis empfiehlt es sich, die Messungen zunächst als Doppelbestimmungen durchzuführen. Nur durch die Doppelbestimmungen ist die Güte der Säulenpackungen und damit die Vollständigkeit der Benetzung und die Durchströmung kontrollierbar. Da die Herstellung der Säulenpackungen etwas Übung erfordert, ist dieser Zusatzaufwand anfangs nötig. Bei richtiger Arbeitsweise sollte die Differenz zwischen den Ionensummen (Ake) der Doppelbestimmung in der Größenordnung von 5 bis 10 % liegen. Erst wenn bei der Packung der Säulen eine entsprechende Erfahrung vorliegt und die Fehlerquote ausreichend niedrig ist, sollte die Messung in der Routine als Einzelbestimmung durchgeführt werden.

b) Gewinnung der $BaCl_2$-Perkolate:

Die Beschreibung der Bedienung der Perkolationsanlage bezieht sich auf die im Anhang dargestellte Apparatur. Gleichermaßen kann die in der Methode HFA A3.2.1.1 beschriebene Anlage funktionsentsprechend verwendet werden.

Nach dem Vorspülen der gesamten Apparatur mit $BaCl_2$-Lösung werden die mit Probe gefüllte Spritzenkartusche K an die Apparatur gehängt und sämtliche Schlauchverbindungen mit Ausnahme von S2 hergestellt. Der Hahn H wird geschlossen, die Schlauchklemme SK geöffnet und der Messkolben oder die Sammelflasche SF angeschlossen.
Man füllt 100 ml $BaCl_2$-Lösung in den Tropftrichter T und öffnet den Hahn H. Nachdem ca. 5 ml Lösung durch die Spritze gelaufen sind und die gesamte Probe durchweicht ist (Lösung tritt unterhalb der Spritze in den Schlauch), wird die Schlauchklemme SK geschlossen und die Schlauchverbindung S2 zur Pumpe hergestellt.
Um eine vollständige Benetzung der Probe zu gewährleisten, muss auf der Säulenpackung ein Überstand an Lösung sichtbar sein. Ggf. wird durch kurzes Anheben des Stopfens ST (Entlüftung) ein Lösungsüberstand über der Füllung hergestellt. Stopfen wieder fest einsetzen. Es ist wichtig, dass das obere Glasfaservorfilter waagerecht (und nicht schräg) in der Spritze fixiert bleibt. Andernfalls schwimmt die Probe u. U. seitlich des Filters nach oben auf.
Zum Starten der Perkolation wird die Schlauchklemme SK geöffnet und die Schlauchpumpe eingeschaltet. Zwischen der ersten Benetzung der Probe und dem Start der Perkolation darf höchstens 1 Stunde liegen, da sich die Humusprobe bei längeren Einweichzeiten irreversibel verändert und falsche Messwerte erhalten werden (BLUM 2004). Innerhalb von 4 Stunden werden die restlichen ca. 90 bis 95 ml $BaCl_2$-Lösung gleichmäßig durch die Spritze gepumpt. Dabei muss die Fließgeschwindigkeit mehrmals kontrolliert und eventuell durch Verstellen der Schlauchklemme oder des Anpressdruckes des Pumpenschlauches bzw. der Geschwindigkeit der Pumpe nachreguliert werden.
Anschließend wird die Spritze gut trockengesaugt, bis kein Perkolat mehr in den Messkolben oder die Sammelflasche SF läuft. Das Endvolumen im Messkolben wird durch entsprechendes Ergänzen mit frischer BaCl2-Lösung auf 100 ml aufgefüllt.
Der Messkolben wird verschlossen und das Perkolat bis zur Analyse bei 4 °C aufbewahrt (max. 5 Tage).

Anmerkungen:

1. Bei Verwendung von 100-ml-PE-Flaschen anstelle der Messkolben ist das Auffüllen auf 100 ml auch über eine Wägung möglich. Dazu bestimmt man vorher mittels 100 ml reiner $BaCl_2$-Lösung und des entsprechenden Flaschentypes die notwendige Gewichtssumme Flasche plus Perkolat. Bei diesem Vorgehen liegt der Volumenfehler erfahrungsgemäß bei weniger als ± 1 ml, der bei der Genauigkeit des Gesamtverfahrens durchaus toleriert werden kann.
2. Für die Elementbestimmungen (nicht für die pH-Messung!) kann zur Stabilisierung der Perkolate 1 ml Salpetersäure zugesetzt werden. Dadurch erhöht sich die Haltbarkeit auf mindestens 30 Tage bei Raumtemperatur.

c) Bestimmung der Elemente in den Perkolaten:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Die H-Konzentrationen werden indirekt über die Bestimmung des pH-Wertes ermittelt. Dazu ist es erforderlich, dass die pH-Werte sowohl in der reinen $BaCl_2$-Lösung als auch in den Perkolaten selbst sobald wie möglich bestimmt werden.

Element	**HFA Methode Teil D**
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**
H	**76.1.5**

Anmerkung:

1. Da die $BaCl_2$-Lösung immer Spuren vor allem an Na und K enthält, ist bei der Kalibrierung sowohl als Blindlösung als auch für die Matrixanpassung der Standards immer ein und derselbe Ansatz an $BaCl_2$-Lösung zu verwenden, der auch für die Perkolationen selbst eingesetzt wurde. Daher empfiehlt es sich, ggf. größere Chargen an $BaCl_2$-Lösung (10 oder 20 l) anzusetzen.

d) Berechnung der effektiven Austauschkapazität, der Austauschazidität und der Basensättigung:

d1) Kationenäquivalente pro Gramm Humus:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE	Ionenäquivalent in µmol/g
c	Elementkonzentration im Perkolat in mg/l
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Humusprobe in g
ÄG	Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Al^{3+}	8,99	Ca^{2+}	20,04	Fe^{3+}	18,62	K^{+}	39,10
Mg^{2+}	12,15	Mn^{2+}	27,47	Na^{+}	22,99	jeweils g/mol	

d2) Protonenäquivalente pro Gramm Humus:

$$IE = \frac{\left(10^{-pH_P} - 10^{-pH_0}\right) * V * 1000}{EW * 0{,}88}$$

IE	Protonenäquivalent in µmol/g
pH_P	pH-Wert des Perkolates (Probe)
pH_0	pH-Wert der reinen $BaCl_2$-Lösung
V	Gesamtvolumen des Perkolates in ml (100 ml)
EW	Einwaage der Humusprobe in g

Anmerkung:

1. Untersuchungen haben gezeigt, dass Al und Fe im Humus nicht direkt austauschbar, sondern fast ausschließlich an organische Komplexbildner gebunden sind. Daher liegt besonders Al in wässrigen Humusextrakten praktisch vollständig organisch komplexiert vor (GÖTTLEIN 1988, GÖTTLEIN 1998). Somit findet auch keine Hydrolyse der (nicht vorhandenen) Al-Hydrat-Komplexe der freien Al-Ionen statt, d. h. in diesen Perkolaten trägt das Al praktisch nicht zur Protonenkonzentration bei. In der Folge wird hier im Gegensatz zu den Methoden HFA A3.2.1.1 und A3.2.1.4 keine Al-Korrektur der ausgetauschten H^{+}-Anteile vorgenommen.

d3) AKe, Austauschazidität und Basensättigung:

Die AKe ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$AKe\ [\mu mol/g] = IE_{Al} + IE_{Ca} + IE_{Fe} + IE_{K} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Na} + IE_{H}$$

Die Austauschazidität (AA) ist die Summe der Kationenäquivalente der sauren Kationen Al, Fe, Mn und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:

$$AA\ [\mu mol/g] = IE_{Al} + IE_{Fe} + IE_{Mn} + IE_{H}$$

Die Basensättigung (BS) ist die Summe der Neutralkationen bezogen auf die AKe:

$$BS\ [\%] = \frac{IE_{Ca} + IE_{K} + IE_{Mg} + IE_{Na}}{AKe} * 100$$

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

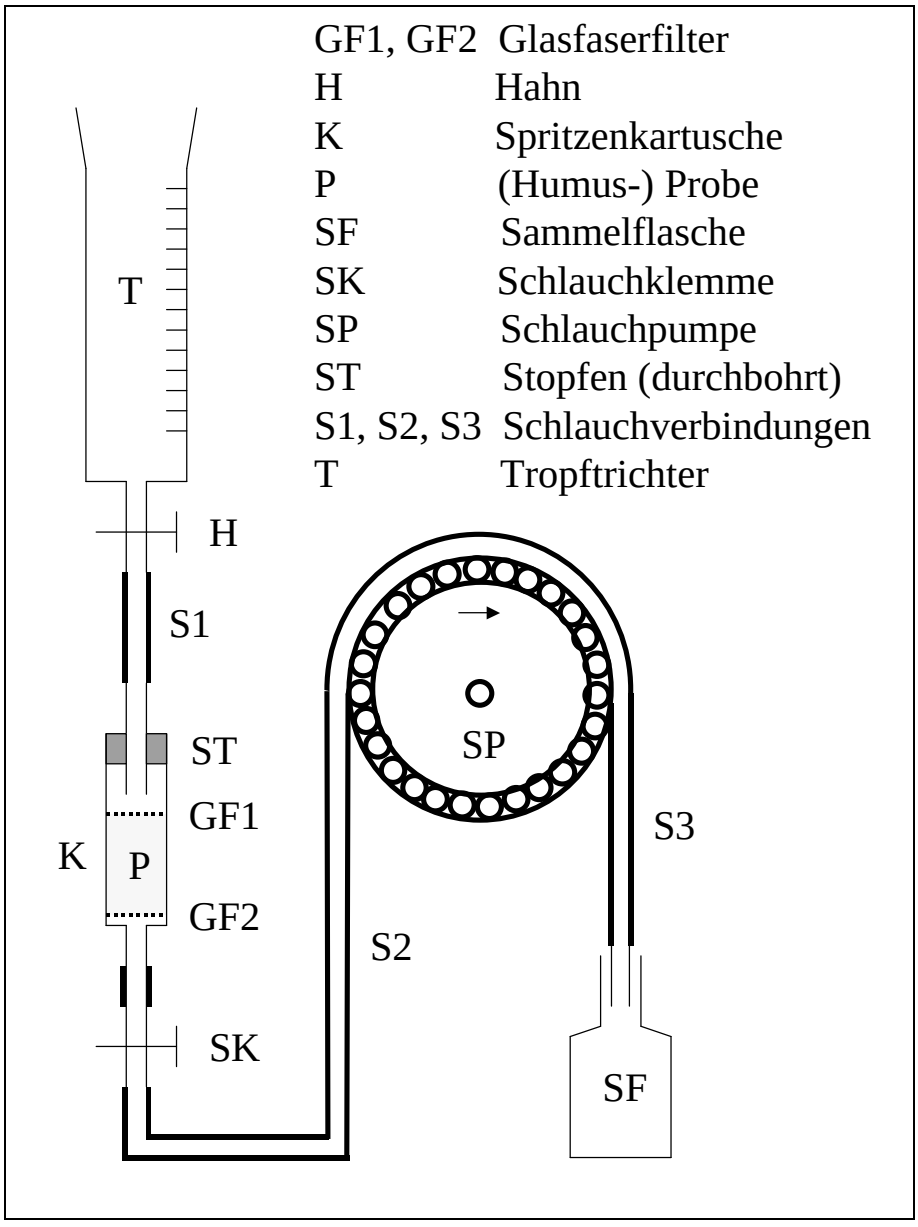
Erfahrungen über die Vergleichbarkeit zu anderen Methoden, insbesondere zu HFA A3.2.1.3 und A3.2.1.4, liegen bisher nicht vor.

9. Literatur:

1. Blum, U.: Abschlussbericht zum Projekt „Entwicklung eines Verfahrens zur Bestimmung der austauschbaren Kationen in Humusauflagen (AKe-Humus)“, Bayerische Landesanstalt für Wald und Forstwirtschaft, Freising, im Auftrage des Bundesministeriums für Verbraucherschutz, Ernährung und Landwirtschaft, 2004
2. Göttlein, A.: Einfluss von saurer Beregnung und Kalkung auf wasserlösliche organische Stoffe eines Waldbodens unter Fichte, Dissertation, Ludwig-Maximilians-Universität München 1988
3. Göttlein, A.: Determination of free Al3+ in soil solutions by capillary electrophoresis, European Journal of Soil Science 49, page 107-112 (March 1998)
4. Matschonat, G. und Matzner, E.: Quantification of ammonium sorption in acid forest soils by sorption isotherms; Plant and Soil 168, page 95 ff. (1995)

ANHANG

Die Funktion der hier verwendeten Perkolationsapparatur ist im Text der Durchführung unter Abschnitt 7 b) beschrieben.



Boden	Austauschkapazität des Bodenskeletts (AK_e Skelett)	BZE 2
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Bestimmung der Austauschkapazität des Bodenskeletts erfolgt durch Austausch der Kationen mit NH_4Cl-Lösung an einer definierten Grobbodenfraktion (2 – 6,3 mm) und der anschließenden Hochrechnung auf alle Grobbodenfraktionen.

Um einen vollständigen Austausch zu erreichen, wird mit der Grobbodenfraktion 2-6,3 mm ein 24-stündiger Batch-Ansatz mit großem Überschuss an NH_4^+-Ionen (1 M NH_4Cl-Lösung) durchgeführt. Die Kationen werden bei annähernd bodeneigenem pH-Wert ausgetauscht, da die NH_4Cl-Lösung ungepuffert ist und selbst einen pH-Wert von 4,65 - 4,85 hat.

$$\begin{array}{c} \text{K Na Ca Mg Mn} \\ \boxed{\text{Grobboden}} \\ \text{Al Fe } NH_4 \text{ H} \end{array} + 15\ NH_4^+ \rightarrow \begin{array}{c} NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4 \\ \boxed{\text{Grobboden}} \\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4\ NH_4 \end{array} + Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mn^{2+} + Al^{3+} + Fe^{3+} + H^+ + Mg^{2+}$$

Die Kationenkonzentrationen in der abfiltrierten Batch-Ansatz-Lösung werden gemessen und in Ionenäquivalente umgerechnet. Die Summe der Ionenäquivalente bezogen auf die Grobbodenmenge wird als effektive Austauschkapazität der Grobbodenfraktion 2-6,3 mm bezeichnet.

Die effektive Austauschkapazität des gesamten Bodenskeletts bis 63 mm wird auf der Basis dieses Ergebnisses unter Einbeziehung der Korngrößenverteilung und des Skelettgehaltes anhand der in Abschnitt 7d gegebenen Funktionen errechnet. Größere Korngrößenfraktionen werden aufgrund ihres geringen Beitrags an der AKe vernachlässigt.

Achtung!
Diese Methode ist nur für **carbonatfreie Böden** geeignet!

Der Beitrag des Bodenskeletts am Elementvorrat des Gesamtbodens ist nach bisherigem Stand des Wissens nur bei skelettreichen Standorten nährstoffarmer Bodenausgangsgesteine ökochemisch relevant. Die Methode wird deshalb nur bei Böden mit einem Skelettanteil von >15 % im Unterboden für folgende Gesteinsgruppen angewendet:

Kurzzeichen (BZE-Anleitung)	**Bezeichnung**
100	saure magmatische Festgesteine
400	saure metamorphe Festgesteine
510	Metapelite und Schiefer
520	dunkle Gneise und Paragneise
700 (außer 770)	carbonatfreie silikatische Festgesteine (ohne Tonstein)

Anmerkungen:

1. Böden der **Gesteinsgruppe 200** (intermediäre magmatische Festgesteine) wurden bisher nicht untersucht, können aber grundsätzlich nicht ausgeschlossen werden.
2. Bei bisher untersuchten Böden der **Gesteinsgruppe 930** (carbonatfreie Gletscherablagerungen) zeigte sich aufgrund der geringen Skelettgehalte (<30%) und der niedrigen AK_e keine Erfordernis zur Erfassung der $AK_{e\ Skelett}$. Bei Böden mit Skelettgehalten von >50% mit Schichtmächtigkeiten von >0,5 m innerhalb 1 m Bodentiefe wird eine Bestimmung der $AK_{e\ Skelett}$ empfohlen.

2. Störungen:

Aufgrund der geringen Anteile organischer Substanz an der Skelettfraktion, die sich im Wesentlichen auf eine Huminstoff-Ummantelung bei Oberbodenproben beschränkt, ist nicht von Störungen durch Komplexbildungsreaktionen auszugehen.

3. Geräte und Zubehör:

Prüfsieb 6,3 mm und 2 mm
Ultraschallbad (240-300 W, 35 KHz)
Schüttelmaschine
Blauband-Filter(Ø 90 mm)
Kunststoff-Trichter
Probenflaschen (PE, 100ml)
Exsikkator

4. Chemikalien:

NH_4Cl, p.a.

5. Lösungen:

1 M NH_4Cl-Lösung: 534,9 g NH_4Cl p.a. werden in eine 10 l-Vorratsflasche gegeben und auf 10 l mit H_2O demin. aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

Von der zurückbleibenden ungereinigten Grobbodenfraktion (>2 mm) werden durch Siebung mit einem 6,3 mm-Sieb ca. 70 g Grobbodenmaterial der Fraktion 2-6,3 mm je Probe gewonnen.

Anschließend muss diese Grobbodenfraktion durch Entfernung des anhaftenden Feinbodenmaterials gereinigt werden. Dabei sollte die mechanische Belastung der mineralischen Oberfläche der Steine so gering wie möglich sein. Das Skelettmaterial wird dazu in einem PE - Behälter mit $H_2O_{dest.}$ überdeckt und über Nacht auf einer Schüttelmaschine gewaschen. Unabhängig von Typ des Schüttlers und der Form des Gefäßes ist die Frequenz der Bewegung so einzustellen, dass die wässrige Suspension maximal bewegt wird, ohne eine mechanische Belastung der Skelettpartikel durch gegenseitige Reibung zuzulassen.

Danach wird das Probenmaterial im Ultraschallbad 15 s einer Energie von 240-300 W bei 35 KHz ausgesetzt. Anschließend wird das Bad über ein 2 mm-Sieb ausgegossen und die im Sieb aufgefangenen Steine mit $H_2O_{demin.}$ nachgespült.

Ist bei Proben mit bindigem Feinboden nach dieser Prozedur die Oberfläche einzelner Minerale noch deutlich von Feinboden überzogen, wird der oben beschriebene Vorgang wiederholt. Bei bereits stark verwittertem Gesteinen mit schwach bindigem Feinboden (z. B. Sandstein) wird auf eine Ultraschallanwendung verzichtet, soweit das Bodenskelett bereits nach dem Waschen mit $H_2O_{demin.}$ frei von anhaftendem Feinboden ist.

Anmerkungen:

1. Ein günstiger Reinigungseffekt wird bei gängigen Horizontal-Schüttelmaschinen mit einer Frequenz von ca. 80 rpm erreicht.
2. Grundsätzlich ist zu berücksichtigen, dass Gesteine mehr oder weniger kontinuierlich zu Feinboden verwittern. So können Steine mit leicht verwitterbaren Mineralen bereits eine Feinbodenverwitterung in Fissuren *innerhalb* des Gesteinsverbandes aufweisen, die zur Skelettphase gehörend aufgefasst wird. Daher kann bei der Reinigung des Grobbodens nicht zwingend eine absolut vollständige Trennung von seiner Feinbodenummantelung erfolgen.
3. Falls die Grobbodenfraktionen > 6,3 mm nicht in anderem Zusammenhang (z.B. HFA-Methode A2.8) ermittelt werden, müssen sie hier durch Sieben bestimmt werden. Nach Möglichkeit sollten die Fraktionen (in Klammern = mittlerer Durchmesser der Fraktion) 6,3 - 12,5 (9,4), 12,5 - 20 (16,2), 20 - 35 (27,5) und 35 - 63 (49) mm bestimmt werden.

7. Durchführung:

a) Gewinnung der Extrakte und Bestimmung der Grobbodenmasse:

Etwa 20 g des gereinigten Grobbodens der Korngröße 2 - 6,3 mm werden in eine 100 ml PE-Flasche eingewogen und mit 100 ml einer 1 M NH_4Cl-Lösung versetzt. Nach 24-stündigem Stehen wird der Überstand durch einen Trichter mit gespültem Blaubandfilter in eine PE-Flasche abfiltriert.

Das Grobbodenmaterial wird in eine Glasschale überführt, mit Wasser gespült, um anhaftendes NH_4Cl zu entfernen, bei 105°C getrocknet und nach Abkühlung im Exsikkator gewogen.

Anmerkungen:

1. Um Einträge (insbesondere Ca-Freisetzung) aus den Blauband-Filtern auszuschließen, werden diese vor ihrer Verwendung für 30 min in der NH4Cl-Lösung konditioniert. Für jeden Extraktionsansatz werden Blindwerte ermittelt, die bei relevanten analysierten Gehalten berücksichtigt werden.

b) Bestimmung der Elemente in der Extraktionslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Ca	**11.1.5**
Fe	**17.1.5**
K	**30.1.5**
Mg	**36.1.5**
Mn	**37.1.5**
Na	**39.1.5**

Auf die Bestimmung der Protonen wird verzichtet, da ihr Anteil an der AKe Skelett sehr gering ist.

Anmerkungen:
1. Es ist zu beachten, dass die 1 M NH_4Cl-Lösung Spuren von Kationen (Na, K) enthält. Daher muss als Blindlösung und zur Herstellung der Standards die gleiche NH_4Cl-Lösungscharge verwendet werden, mit der auch die Batch-Ansätze einer Messserie durchgeführt werden.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

c) Berechnung der Austauschkapazität der analysierten Grobbodenfraktion:
c.1.) Berechnung der Kationenäquivalente pro Gramm Boden:

$$IE = \frac{c * V}{EW * ÄG}$$

IE Ionenäquivalent in µmol/g
c Elementkonzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten NH_4Cl-Lösung in ml (100 ml)
EW exakte Einwaage der Skelettprobe in g (ca. 20 g)
ÄG Äquivalentgewicht des Elementes in g/mol bezogen auf die Wertigkeit

Äquivalentgewichte:

Na^+ = 22,99 Ca^{2+} = 20,04 Fe^{3+} = 18,62 Al^{3+} = 8,99
K^+ = 39,10 Mg^{2+} = 12,16 Mn^{2+} = 27,47

c.2.) Berechnung der AK_e:
Die AK_e ist die Summe der Kationenäquivalente und der Protonenäquivalente pro Gramm Boden:
AK_e [$\mu mol_c/g$] = $IE_{Na} + IE_K + IE_{Ca} + IE_{Mg} + IE_{Mn} + IE_{Al} + IE_{Fe}$

d) Berechnung der Austauschkapazität des Gesamt-Skeletts.

d.1.) Berechnung der relativen AKe-Anteile der verschiedenen Durchmesserbereiche:

Mit zunehmendem Partikeldurchmesser nimmt die $AK_{e\ Skelett}$ für die erfassten Korngrößenklassen ab. Deshalb müssen die relativen AK_e-Anteile der verschiedenen Korngrößenklassen im Bezug zur Korngrößenklasse 2 - 6, 3 mm ermittelt werden. Dies geschieht nach folgender Formel:

$$y_i = a * d_i^{c} + f \quad (1)\ ;\ \text{wobei}$$

- y_i relative AK_e (Anteil der AK_e eines bestimmten Durchmesserbereiches von der AK_e bei Durchmesserklasse 2 - 6,3 mm; somit: $y_1 = y_{2\text{-}6,3} = 1$)
- a, c, f vom Bodenausgangsgestein abhängige, konstante Parameter (siehe Tabelle unten)
- d_i mittlerer Durchmesser der i-ten Korngrößendurchmesserklasse
- i Nummer der Durchmesserklasse

Die Parameter a, c und f werden nach drei Gruppen differenziert. Sie werden entsprechend der nachfolgenden Tabelle in die Funktion eingefügt und damit die relative AK_e für die Mittel der Skelettdurchmesserklassen ermittelt.

Gesteinsgruppen (nach BZE-Arbeitsanleitung)	**a**	**c**	**f**
Plutonite (110)	3,862	-0,073	-2,466
Vulkanite, saure Metamophite, dunkle Gneise und Sandsteine) (120, 400, 520, 710)	2,850	-0,192	-1,168
Schiefer und Silikatgesteine (außer Sand- und Tonstein) (510, 720 – 760)	2,563	-0,349	-0,559

Anmerkung:

1. Zur genauen Bestimmung der AKe Skelett wird eine Erfassung der in Abschnitt 6, Anmerkung 3 angegebenen Durchmesserklassen empfohlen. Der Beitrag größerer Korngrößenfraktionen kann vernachlässigt werden.

d.2.) Berechnung der Gesamt-AKe des Skeletts:

Für die Berechnung der Gesamt-Ake des Skeletts werden zunächst die relativen Werte der Ake (y_i) mit dem relativen Massenanteil innerhalb jeder Durchmesserklasse multipliziert und für die ermittelten Durchmesserklassen aufsummiert. Diese Summe wird mit der ermittelten AK_e für die Klasse 2 – 6,3 mm multipliziert.

Die AK_e des Skeletts bis 63 mm in $\mu mol_c/g$ mit n unterteilten Durchmesserklassen errechnet sich also aus:

$$AKe_{2\text{-}63\,mm} = AKe_{2-6,3mm} * \sum_{i=1}^{n} (y_i * g_i) \qquad (2)$$

g_i relativer Anteil der Masse der i-ten Durchmesserklasse am Skelett bis 63 mm

n Anzahl der Durchmesserklassen

Die Berechnung der Gehalte einzelner Kationen erfolgt analog.

Im Anhang 1 ist eine Beispielrechung durchgeführt.

Bei der Berechnung von Gesamtbodengehalten ist der Skelettanteil mit dem Skelettgehalt des untersuchten Korngrößenbereiches zu gewichten.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

1. Diese Methode wurde anhand eines repräsentativen Probenkollektivs basenarmer Waldstandorte (n=25) mit Ergebnissen zur Bestimmung der AK in einer offenen Perkolationsanlage zur Simulation natürlicher Fließbedingungen (HILDEBRAND 1991, BMELF 1994) abgeglichen. Hierbei wurde das gewaschene Skelettmaterial in chemisch inertem Quarzsand eingebettet und im Bereich natürlicher Saugspannung perkoliert (HEISNER et al. 2004).

9. Literatur:

BUNDESMINISTERIUM FÜR VERBRAUCHERSCHUTZ, ERNÄHRUNG UND LANDWIRTSCHAFT (2005): Arbeitsanleitung für die zweite bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE II), Bonn.

HEISNER U., RABER B., HILDEBRAND E. E. (2004): The importance of the skeleton for plant available nutrients in forest sites of the Southern Black Forest. Eur. J. Forest Res. **123**, 249-257.

HILDEBRAND E. E. (1991): Die chemische Untersuchung ungestört gelagerter Waldbodenproben. Methoden und Informationsgewinn. Projekt Europäisches Forschungszentrum für Maßnahmen zur Luftreinhaltung. Forschungsbericht KfK-PEF **85**, 201 S.

KERN M., RABER B., HILDEBRAND E.E. (2006): Verfahren zur Ermittlung des Nährelementpotenzials des Gesamtbodens unter besonderer Berücksichtigung des Bodenskeletts und deren Integration in die Bodenzustandserhebung im Wald. Abschlussbericht zum Forschungsprojekt 04HS024, Institut für Bodenkunde der Universität Freiburg. *in Bearbeitung*.

ANHANG 1

Beispielrechnung:

Bei einem Granit-Standort wurden die Korngrößenfraktionen (in Klammern = mittlerer Durchmesser der Fraktion) 2 – 6,3 (4,2), 6,3 - 12,5 (9,4), 12,5 - 20 (16,2), 20 - 35 (27,5) und 35 - 63 (49) mm getrennt und die relativen Massenanteile am Skelett bis 63 mm für alle 5 Klassen ermittelt.

Die relativen Massenanteile waren für alle Klassen 0,2.

Die Analyse der $AK_{e\ 2\text{-}6,3mm}$ ergab 5 $\mu mol_c/g$.

Die Faktoren a, c und f für Granit sind

a = 3,872

c = -0,073

f = -2,466

Die Werte der relativen AK_e (y_i) ergeben sich durch Einsetzen der mittleren Korngrößendurchmesser und der Konstanten in (1):

$y_1 = 1$

$y_2 = a * d_2^{\ c} + f = 3,862 * 9,4^{-0,073} + (-2,466) = 0.81$

y_3 = usw.

Die Gesamt- AK_e errechnet sich nach (2):

$AK_e = (y_1 * 0,2 + y_2 * 0,2 + \ldots + y_5 * 0,2) * 5\ \mu mol_c/g$

$= 0,2 * (1 + 0,81 + 0,68 + 0,54 + 0.43) * 5\ \mu mol_c/g$

$= 0,692 * 5\ \mu mol_c/g = 3,46\ \mu mol_c/g$

Boden Humus	Wässrige Extrakte	BZE Level I+II Länder

Die Zusammensetzung der natürlichen Bodenlösung wird zum einen durch diverse Austausch- und Adsorptionsreaktionen der Ionen und Stoffe zwischen Boden und Bodenlösung bestimmt und zum anderen durch den Fluß des Wassers durch das Porensystem des Bodens.
In strukturierten Böden ist der Wasser- und Stofftransport vorrangig auf die groben Makroporen (= Interaggregatporen) beschränkt, während das feinporige Intraaggregatporensystem nur zu einem sehr geringen Teil an dem Wasser- und Ionentransport beteiligt ist. Daher treten für das Pflanzenwachstum ökologisch relevante Änderungen in der chemischen Zusammensetzung vorrangig an den Außenflächen der Aggregateinheiten auf, zumal Struktureinheiten meist um- und nicht gleichmäßig durchwurzelt werden.
Bei den Austausch- und Adsorptionsreaktionen der Ionen und Stoffe zwischen Boden und Bodenlösung handelt es sich um reversible Reaktionen, die in einem ungestörten System zu einem Gleichgewichtszustand und damit zu einer Gleichgewichtsbodenlösung führen.
Natürliche Bodenlösungen können nur sehr aufwendig über Lysimeteranlagen im Feld gewonnen werden. Daher wurden vereinfachte Labormethoden zur Gewinnung einer quasi-natürlichen Bodenlösung entwickelt.
Aus feldfrischen Bodenproben kann ein Sättigungsextrakt, die so genannte Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), gewonnen werden, deren Manko jedoch die Störung des natürlichen Bodengefüges ist. Bei dem aus getrockneten Bodenproben gewonnenen wäßrigen 1:2-Extrakt kommt zur Störung des natürlichen Gefüges noch die Störung durch Trocknung hinzu, die sich besonders auf die organische Substanz und bestimmte Tonmineraleigenschaften auswirkt.
Aufwendiger sind die Verfahren zur Gewinnung von Bodenlösungen ohne Wasserzusatz und aus ungestörten Bodenproben.
Bodenlösungen ohne Wasserzusatz könne durch Zentrifugation feldfrischer Bodenproben mit speziellen Zentrifugengefäßen oder durch Verdrängung der Bodenlösung mittels hohen Drucks gewonnen werden.
Zur Quantifizierung der ökologisch wirksamen Nährstoffzusammensetzung des perkolierenden Bodenwassers kann die Gleichgewichtsbodenporenlösung nach Hildebrand (GBPL) empfohlen werden, die aus ungestörten Bodenproben gewonnen wird.

Boden	Wässriger 1:2-Extrakt	BZE
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Der wäßrige 1:2-Extrakt wird durch Verrühren des getrockneten Bodens mit der doppelten Menge Wasser, 24-stündigem Stehen lassen und anschließendem Abfiltrieren der Gleichgewichtslösung gewonnen, wobei beim Filtrieren der Boden als natürliche Filterschicht dient. Dadurch wird die mechanische und trocknungsbedingte überproportionale Desorption der organischen Substanzen und der komplexierten Kationen teilweise korrigiert. Dennoch enthält der wäßrige 1:2-Extrakt deutlich mehr organische Substanz als die natürliche Bodenlösung.

Achtung!
Diese Methode ist nur für Corg-arme Böden (Unterböden) geeignet.

2. Störungen:

An A_h-, A_{eh}-, A_{he}-, B_h-, und B_{sh}-Horizonten von Böden sollte die Methode der 1:2-Extraktgewinnung wegen der C_{org}-Mobilisierung durch die Bodentrocknung nicht angewendet werden.
Zentrifugation des Boden/Lösungs-Gemisches führt bei C_{org}-haltigen Böden zu starker C_{org}-Mobilisierung in die Lösungsphase und ist deshalb nicht zugelassen (Fortmann u. König, 1990).

3. Geräte und Zubehör:

250 ml-PE-Flaschen oder 500 ml-Kunststoff-Bechergläser
Filternutsche
Filtrationsapparatur für Membranfiltration
0,45 µm Mischestermembranfilter (Celluloseacetat, Cellulosenitrat)
250 ml-PE-Probenflaschen

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung des wäßrigen 1:2-Extraktes der Bodenprobe

100 g gesiebter Boden wird in eine 250 ml-PE-Flasche oder ein Kunststoffbecherglas eingewogen, mit 200 ml H_2O demin. versetzt und verrührt. Diese Suspension muss

24 Stunden verschlossen stehengelassen und dabei im Lauf der Zeit mindestens 5-mal mit einem Spatel gut durchgerührt werden. Am nächsten Tag wird die Suspension aufgerührt und mit Hilfe einer Filternutsche über einen Schwarzbandfilter gegeben, wobei der Boden als zusätzlicher Filter für die Lösung wirkt. Anschließend muss die Bodenlösung membranfiltriert (∅ 0,45 µm) werden. Bei Verwendung einer entsprechenden Membranfiltrationsanlage kann die Suspension auch direkt in 250 ml PE-Flaschen membranfiltriert werden (eventuell mit Glasfaservorfilter). Alle Filtermaterialien müssen vorher gespült werden.
Die Lösungen werden im Kühlraum bei 4 °C gelagert.

b) Bestimmung der Elemente im wässrigen 1:2-Extrakt

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die Bestimmung des pH-Wertes muss sofort nach der Gewinnung des Extrakts erfolgen!

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.4**
Ca	**11.1.4**
Cl	**13.2.4**
Fe	**17.1.4**
K	**30.1.4**
DOC	**31.2.4**
Mg	**36.1.4**
Mn	**37.1.4**
Na	**39.1.4**
SO_4	**54.2.4**
N_{ges}	**58.1.4**
NH_4	**58.3.4**
NO_3	**58.4.4**
pH	**76.1.4**

Anmerkungen:

1. Die pH-Werte müssen sofort gemessen werden.
2. Die Messung der übrigen Inhaltsstoffe sollte möglichst innerhalb einer Woche nach Herstellung der Extrakte erfolgen, da die Lösungen wegen der relativ hohen C_{org}-Gehalte nicht lange haltbar sind.
3. Bei stark huminstoffhaltigen Extrakten kann es bei der AAS-Messung zu Brennerkopfverstopfungen und Verschleppungen kommen.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), Methode A3.2.2.2, Lysimeterlösung, Bodenporenlösung nach Hildebrand, Methode A3.2.2.3 und andere: GBL und Lysimeterlösung liefern ähnliche Ergebnisse, alle anderen Methoden weichen deutlich ab (Ludwig et. al. 1999).

b.) Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), Methode A3.2.2.2, KCl-Extrakt (Nmin), Lysimeterlösung; Vergleich der NO_3-Konzentrationen: Wenn man die Ergebnisse auf gleiche Boden:Lösung-Verhältnisse umrechnet, sind die NO_3-Konzentrationen recht gut zu vergleichen; dies gilt nicht für die NH_4-Konzentrationen (Evers et.al. 2002).

c.) Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), Methode A3.2.2.2: Für einige Parameter gibt es gute Korrelationen zwischen beiden Extrakten, so z.B. für NO_3, Al und Cl. Schlechte Korrelationen wurden für Ca, C_{org} und NH_4 festgestellt. (Auswertung der Daten der BZE-Profile aus Niedersachsen, unveröffentlicht)

9. Literatur:

1. Evers, König, Wolff u. Meiwes (2002): Vorbereitung der 2. Bodenzustands-erhebung im Wald – Untersuchungen zur Laboranalytik, Stickstoffbestimmung und zeitlichen Variabilität bodenchemischer Parameter, BMVEL, S. 215 ff.
2. Fortmann u. König (1990): Vergleich der GBL- und 1:2-Extrakt-Gewinnung durch Zentrifugation und Filtration über den Bodenbrei; (unveröffentlicht)
3. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden, wässriger 1:2 Extrakt
4. Ludwig, Meiwes, Khanna, Gehlen, Fortmann u. Hildebrand (1999): Comparison of different laboratory methods with lysimetry for soil solution composition – experimental und model results; J. Plant Nutr. Soil Sci. 162 S. 343 ff
5. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 7ff

Boden	Gleichgewichtsbodenlösung (GBL)	BZE (1)

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die Gleichgewichtsbodenlösung (GBL) wird durch Verrühren des feldfrischen Bodens mit Wasser zu einem Bodenbrei, 24-stündigem Stehen lassen und anschließendem Abfiltrieren der Gleichgewichtslösung gewonnen, wobei beim Filtrieren der Boden als natürliche Filterschicht dient Dadurch wird die durch das Rühren verstärkte Desorption der organischen Substanzen und der komplexierten Kationen teilweise korrigiert. Das Boden-Wasser-Verhältnis darf 0,8 ml/g nicht überschreiten (Ulrich et. al.1971).

2. Störungen:

Die feldfrischen Bodenproben sollten möglichst sofort nach Probeneingang bearbeitet werden, da es durch mikrobielle Umsetzungen während der Lagerung zu Veränderungen bei einigen Parametern (NO_3, NH_4, pH, C_{org}) kommen kann. (Fortmann u. König, 1991)
Hohe Gehalte an organischer Substanz führen zu sehr huminstoffhaltigen Extrakten, deren AAS-Messung Schwierigkeiten wegen Brennerkopf-Verstopfungen und Verschleppungen machen kann. Auch photometrische Methoden für die Anionenbestimmungen werden durch die Eigenfärbung der Huminstoffe gestört.

3. Geräte und Zubehör:

1 l-Kunststoff-Bechergläser
Motorrührer
große Metallspatel
große Kunststoff-Filternutschen und Absaugflaschen
Schwarzbandfilter
Vakuumpumpe
Filtrationsapparatur für Membranfiltration
0,45 µm Mischestermembranfilter (Celluloseacetat, Cellulosenitrat)
250 ml-PE-Flaschen

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

Die feldfrische Probe wird per Hand homogenisiert und von Wurzeln und Steinen befreit.

7. Durchführung:

a.) Gewinnung des Extraktes:

700-1.000 g (mindestens 500 g) feldfrischer Boden (ohne Steine und Wurzeln, homogenisiert) werden in die 1 l-Kunststoffbechergläser eingewogen und mit soviel H_2O demin. versetzt, dass der Boden mit einem Spatel knetbar ist.

Anschließend werden 130-150 ml H_2O demin. zugegeben und mit einem Elektrorührer verrührt. Der Rührmotor ist dabei in einem Stativ verankert, damit das Kunststoff-Becherglas von Hand unter den Rührquirl geführt und auf und ab bewegt werden kann. In der Regel reicht die angegebene Wassermenge aus, um eine gerade verrührbare Suspension oder Paste zu bekommen. Wenn das nicht der Fall ist, muß man noch etwas H_2O demin. zugeben. Es ist jedoch darauf zu achten, dass das Lösungs-Boden-Verhältnis nach Möglichkeit 0,8 ml/g Trockensubstanz nicht überschreitet. Den Punkt des richtigen Wasserzusatzes, der im allgemeinen innerhalb von 5 % reproduzierbar ist, erkennt man daran, dass: die Bodenpaste glänzt, weil sie Licht reflektiert, die Bodenpaste schwach fließt, wenn man den Becher schräg hält, die Bodenpaste sauber und von selbst vom Spatel gleitet und wenn man mit der schmalen Seite des Spatels eine Rinne in die Paste zieht, diese sich leicht wieder schließt, wenn man den Plastikbecher leicht rüttelt.

Die Gefäße mit dem Bodenbrei werden ca. 24 Std. möglichst kühl stehengelassen und ab und zu mit einem Spatel umgerührt.

Am nächsten Tag wird die Suspension aufgerührt und über große Filternutschen mit wassergespülten Schwarzbandfiltern durch Anlegen von Vakuum so abgesaugt, dass der Bodenbrei als Filterschicht für die Bodenlösung fungiert. Es wird gesaugt, bis der Boden einen fast trockenen, rissigen Kuchen bildet; dies dauert je nach Bodentyp bis zu 3 Stunden.

Das Filtrat (ca. 150 ml) wird in 250 ml-PE-Flaschen aufgefangen und anschließend in der Membranfiltrationsanlage über 0,45 µm Membranfilter direkt in 250 ml PE-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:

1. Die zugesetzte Wassermenge muss erfaßt werden, um das genaue Boden-Lösungsverhältnis bestimmen zu können. Dazu ist auch die Bestimmung des Wassergehalts der feldfrischen Probe nötig.
2. Die GBL darf auf keinen Fall durch Zentrifugation gewonnen werden, da sonst die organische Substanz vom Mineralboden abgelöst und in Lösung überführt werden kann! (Fortmann u. König, 1990)

b.) Bestimmung der Elementgehalte und des pH-Wertes in den Extrakten:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Die Bestimmung des pH-Wertes muss sofort nach der Gewinnung des Extrakts erfolgen!

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.4**
Ca	**11.1.4**
Cl	**13.2.4**
Fe	**17.1.4**
K	**30.1.4**
DOC	**31.2.4**
Mg	**36.1.4**
Mn	**37.1.4**
Na	**39.1.4**
SO_4	**54.2.4**
N_{ges}	**58.1.4**
NH_4	**58.3.4**
NO_3	**58.4.4**
pH	**76.1.4**

Anmerkungen:

1. Die pH-Werte müssen sofort gemessen werden.
2. Bis zur Messung müssen die gewonnenen Extrakte kühl (4°C) gelagert werden. Die Messung aller Parameter sollte innerhalb einer Woche geschehen, da die Lösungen wegen des oft hohen C_{org}-Gehalts nicht sehr haltbar sind (Fortmann u. König, 1991).
3. Bei stark huminstoffhaltigen Extrakten kann es bei der AAS-Messung zu Brennerkopfverstopfungen und Verschleppungen kommen.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Wässriger 1:2-Extrakt, Methode A3.2.2.1, Lysimeterlösung, Bodenporenlösung nach Hildebrand, Methode A3.2.2.3 und andere: GBL und Lysimeterlösung liefern ähnliche Ergebnisse, alle anderen Methoden weichen deutlich ab (Ludwig et. al. 1999).

b.) Wässriger 1:2-Extrakt, Methode A3.2.2.1, KCl-Extrakt (N_{min}), Lysimeterlösung; Vergleich der NO_3-Konzentrationen: Wenn man die Ergebnisse auf gleiche Boden:Lösung-Verhältnisse umrechnet, sind die NO_3-Konzentrationen recht gut zu vergleichen; dies gilt nicht für die NH_4-Konzentrationen (Evers et.al. 2002).

c.) Wässriger 1:2-Extrakt, Methode A3.2.2.1: Für einige Parameter gibt es gute Korrelationen zwischen beiden Extrakten, so z.B. für NO_3, Al und Cl. Schlechte Korrelationen wurden für Ca, C_{org} und NH_4 festgestellt. (Auswertung der Daten der BZE-Profile aus Niedersachsen, unveröffentlicht)

9. Literatur:

1. Evers et. al. (2002): Vorbereitung der 2. BZE im Wald – Untersuchung zur Laboranalytik, Stickstoffbestimmung und zeitlichen Variabilität bodenchem. Parameter, BMVEL
2. Fortmann u. König (1990): Vergleich der GBL- und 1:2-Extrakt-Gewinnung durch Zentrifugation und Filtration über den Bodenbrei; (unveröffentlicht)
3. Fortmann u. König (1991): Untersuchungen zur Veränderung der GBL-Konzentrationen auf Grund von längerer Lagerung der feldfrischen Proben vor der GBL-Gewinnung und der GBL selbst (unveröffentlicht)
4. König u. Fortmann (1996b): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode Boden AKT2.1
5. Ludwig, Meiwes, Khanna, Gehlen, Fortmann u. Hildebrand (1999): Comparison of different laboratory methods with lysimetry for soil solution composition – experimental und model results; J. Plant Nutr. Soil Sci. 162 S. 343 ff
6. Meiwes et al. (1984): Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst., Bd. 7, S. 17ff
7. Scheffer, Schachtschabel (1982): Lehrbuch der Bodenkunde, S. 203 ff, Ferdinand Enke Verlag, Stuttgart
8. Ulrich, B., Khanna, P.K.: Göttinger Bodenkdl. Berichte 19, S.121 ff., 1971

Boden	Gleichgewichtsbodenporenlösung (GBPL) nach Hildebrand	BZE (1)

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die Stechzylinderproben von ungestörten Bodenproben werden im Kreislauf mit demin. Wasser pumpengesteuert perkoliert, bis sich ein Gleichgewicht zwischen Bodenprobe und Lösung einstellt. Der Chemismus dieser Lösung charakterisiert im Wesentlichen die chemischen Bedingungen an den Aggregatoberflächen.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Perkolationsapparatur (siehe Anhang 1)
Stechzylinder 100 ml
100 ml-Vorrats- bzw. Auffangflaschen mit durchbohrten Stopfen
Manometer
Schlauchpumpe
Kühlbox 16°C
Filterflockenmasse

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

Der an der Außenwand des Stechzylinders anhaftende Boden wird entfernt.
Die Fehlstellen im Bodenkörper werden mit angefeuchteter Filterflockenmasse (vorher gut mit heißem demin. Wasser auskochen und bei 60°C trocknen) ausgefüllt.

7. Durchführung:

a.) Vorbereitung der Perkolationsapparatur

Vor dem Spülen sind die Manometer abzuklemmen, da diese sonst aufgrund des Unterdrucks mit Spülwasser volllaufen.
Die Perkolationsapparatur wird 5-8-mal von oben mit demin. Wasser gespült (Pumpenstellung 20-40).
Vor dem Aufsetzen der Stechzylinder muss das Spülwasser gut abgesaugt und die Klemmen an den Manometerschläuchen entfernt werden.

b.) Gewinnung des Perkolats:

Der mit einer Dichtung versehene Plexiglaszylinder wird auf den Stechzylinder mit den feldfrischen Proben montiert und auf die Apparatur aufgesetzt, wobei man die Stechzylinder leicht gegen die Filzscheibe andrückt.
Anschließend legt man ein Filterpapier (Blauband, durchlöchert und mit Einschnitten) auf den Boden, feuchtet es an und passt es der Bodenoberfläche an.
In das Vorratsgefäß werden 100 ml aqua bidest gegeben, je nach Wassergehalt der feldfrischen Bodenprobe liegt dann das Boden/Wasser-Verhältnis zwischen 0,9 und 1,2. Durch eine Schlauchpumpe wird am Membranfilter eine Saugspannung aufgebaut. Der dabei entstehende Gegendruck im Vorratsgefäß fördert Aqua bidest auf die Bodenprobe. Ist die Wasserspannung in der Bodenprobe geringer als die am Membranfilter anliegende Saugspannung, beginnt der Wasserkreislauf, wobei sich die Spannung am Membranfilter allmählich abbaut. Die Schlauchpumpe wird so reguliert, dass eine geringe Spannung ($0,6 < pF < 1,8$) am Membranfilter aufrechterhalten wird. Die groben Poren bleiben dann belüftet. Nach 48 Stunden besteht zwischen der Lösung im Vorratsgefäß und den wenig gespannten Wasserfilmen in der Bodenprobe ein Quasi-Gleichgewicht. Eine halbe Stunde vor Beendigung des Wasserkreislaufs wird der Stopfen des Vorratsgefäßes geöffnet. Damit wird die Förderung der Lösung auf die Bodenprobe unterbrochen und der in der Probe befindliche Restelektrolyt kann abgesaugt werden.

c.) Bestimmung der Elementgehalte und des pH-Wertes in den Extrakten:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.
Die Bestimmung des pH-Wertes muss sofort nach der Gewinnung des Extrakts erfolgen!

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.4**
Ca	**11.1.4**
Cl	**13.2.4**
Fe	**17.1.4**
K	**30.1.4**
DOC	**31.2.4**
Mg	**36.1.4**
Mn	**37.1.4**
Na	**39.1.4**
SO_4	**54.2.4**
N_{ges}	**58.1.4**
NH_4	**58.3.4**
NO_3	**58.5.4**
H	**76.1.4**

Anmerkungen:

1. Die pH-Werte müssen sofort gemessen werden.
2. Die Messung der übrigen Inhaltsstoffe sollte möglichst innerhalb einer Woche nach Herstellung der Extrakte erfolgen, da die Lösungen wegen der relativ hohen C_{org}-Gehalte nicht lange haltbar sind.
3. Bei stark huminstoffhaltigen Extrakten kann es bei der AAS-Messung zu Brennerkopfverstopfungen und Verschleppungen kommen.
4. Die verwendeten Schläuche und Filzscheiben müssen unbedingt gut mit heißem demin. Wasser gereinigt werden. Zu empfehlen ist ein Blinddurchlauf ohne aufgesetzte Bodenprobe. Die hier erhaltenen Messwerte werden als Blindwert von den Probenmesswerten abgezogen.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

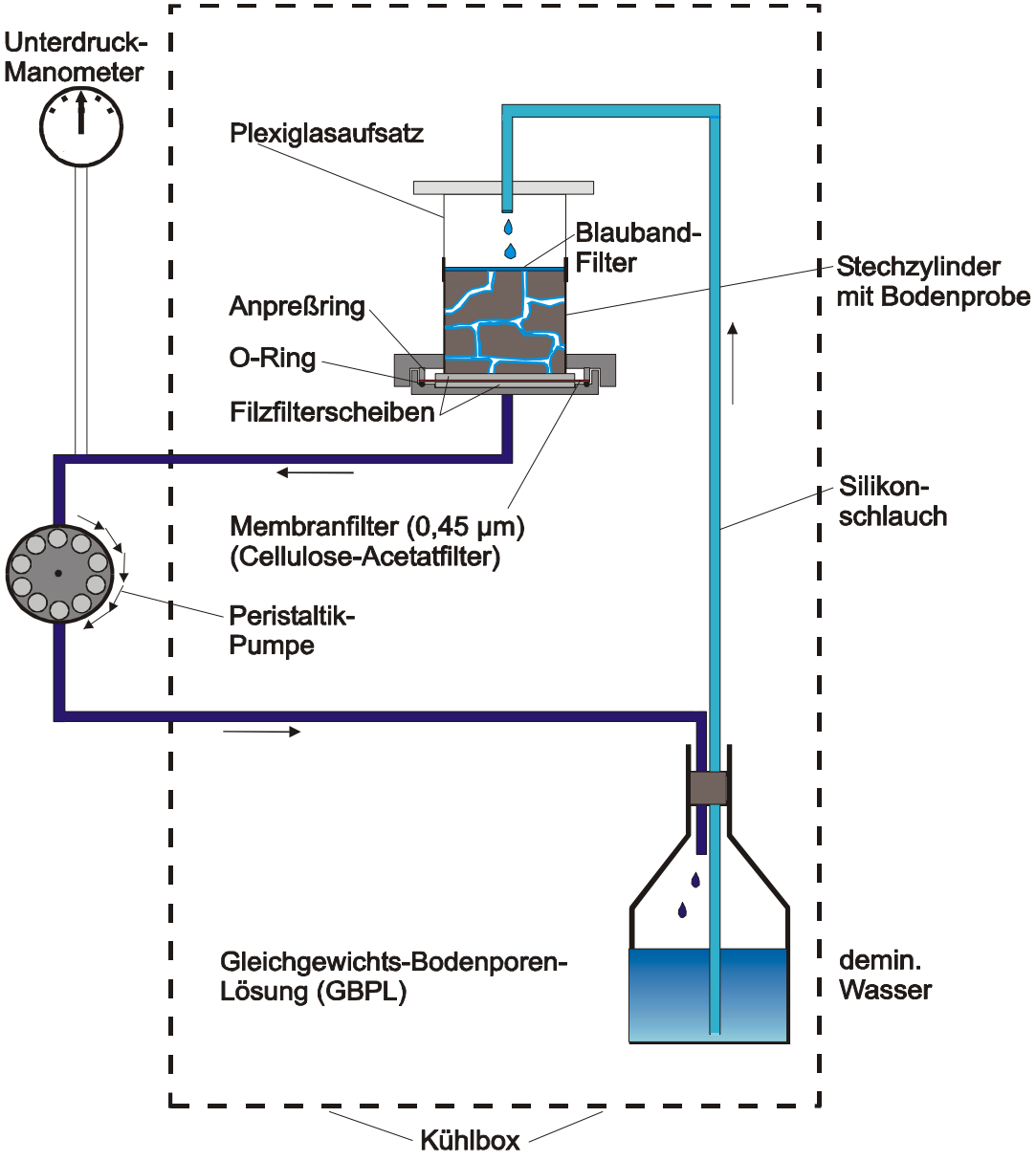
a) Wässriger 1:2-Extrakt, Methode A3.2.2.1, Lysimeterlösung, Gleichgewichtsbodenlösung (GBL), Methode A3.2.2.2 und andere: GBL und Lysimeterlösung liefern ähnliche Ergebnisse, alle anderen Methoden weichen deutlich ab (Ludwig et. al. 1999).

9. Literatur:

1. Hildebrand (1986): Ein Verfahren zur Gewinnung der Gleichgewichts- und Bodenporenlösung, Zeitschrift Pflanzenern. und Bodenkunde, 149, S. 340 ff
2. Ludwig, Meiwes, Khanna, Gehlen, Fortmann u. Hildebrand (1999): Comparison of different laboratory methods with lysimetry for soil solution composition – experimental und model results; J. Plant Nutr. Soil Sci. 162 S. 343 ff

ANHANG 1

Aufbau der Perkolationsapparatur (aus: Hildebrand et. al. (1986))
GBPL-Versuchsaufbau



Boden Humus	Salz-Extrakte	BZE Level I+II Länder

Boden	Oxalat-Extrakt zur Bestimmung des oxidischen Al und Fe	Level I+II (2) BZE (2)

Norm: in Anlehnung an DIN 19684-6 | **HBU: in Anlehnung an HBU 3.4.1.17.2a**

1. Prinzip der Methode:

Die Bodenprobe wird mit Ammoniumoxalat-Lösung geschüttelt. Dabei werden die leicht löslichen, amorphen oxidischen und hydroxidischen Verbindungen des Eisens und Aluminiums durch Komplexierung aufgelöst und in Lösung gebracht. Im Extrakt wird dann Fe und Al bestimmt.

2. Störungen:

Bei humusreichen Böden kann organische Substanz in Lösung gehen, an der Fe und Al komplexiert gebunden sind. Dies führt zur Überschätzung des Oxidischen Fe und Al.

3. Geräte und Zubehör:

Schüttelmaschine
PE-Flasche, Weithals, 100 ml
Zentrifugenbecher 50 ml
Zentrifuge
Waage (Wägegenauigkeit +/- 0,01 g)
Pipette
PE-Flasche 50 ml

4. Chemikalien:

Ammoniumoxalat: $(COONH_4)_2+H_2O$
Oxalsäure: $COOH)_2+H_2O$
Superfloc (Fällungsmittel)

5. Lösungen:

0,2 M Ammoniumoxalat-Lösung: 81 g Ammoniumoxalat und 54 g Oxalsäure werden in einem 5 l-Messkolben in 4, 5 l H_2O_{demin} gelöst und anschließend auf 5 l aufgefüllt. Anschließend wird der pH-Wert der Lösung durch Zugabe einiger ml einer 0,2 M Ammoniumoxalat-Lösung (28 g/l) oder einer 0,2 M Oxalsäure-Lösung (25 g/l) auf pH 3 eingestellt.

Anmerkungen:

1. Die Ammoniumoxalat-Lösung muss im Dunkeln aufbewahrt werden. Sie ist nur begrenzt haltbar!

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a.) Gewinnung des Extrakts:

1 g getrockneter und gesiebter Boden werden in eine 100 ml-PE-Flasche eingewogen und mit 50 ml 0,2 M Ammoniumoxalat-Lösung versetzt. Das Gemisch wird 4 Std. unter Schutz vor UV-Strahlung geschüttelt. 30-40 ml der überstehenden Lösung werden in einen Zentrifugenbecher überführt und 10-15 min. mit 3.000 g zentrifugiert. Die überstehende klare Lösung wird vorsichtig mit einer Pipette abpipettiert und in eine PE-Probenflasche gegeben.

Anmerkungen:

1. Je nach Gehalt an Fe und Al kann die Boden-Einwaage auf 2 g erhöht oder der Zusatz der Ammoniumoxalat-Lösung auf 100 ml erhöht werden.
2. Zur besseren Sedimentation beim Zentrifugieren kann der Lösung Fällungsmittel wie z.B.: Superfloc zugesetzt werden.
3. Da die Reaktion temperaturabhängig ist, sollte die Arbeitstemperatur nicht über 25°C liegen.

b.) Bestimmung der Elementgehalte von Fe und Al in den Extrakten:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.5**
Fe	**17.1.5**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards unbedingt 0,2 M Ammoniumoxalat-Lösung verwendet wird.
2. Bei Bestimmung mittels Flammen-AAS sollte ein Brennerkopf für große Salzfrachten oder ein Mikroprobengeber mit automatischer Spülung verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. ISRIC, FAO (1995): Procedures for soil analysis, Fifth ed. ISRIC Technical Paper 9, Wageningen
2. DIN 19684-6, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. (1997): Bodenuntersuchungsverfahren im Landwirtschaftlichen Wasserbau - Chemische Laboruntersuchungen - Teil 6: Bestimmung des Gehaltes an oxalatlöslichem Eisen
3. Utermann, J. u.a. (2000): Geologisches Jahrbuch, Reihe G, Heft 8: Labormethoden-Dokumentation; Hrsg. BGR

Boden Humus	Ammoniumnitrat-Extrakt zur Bestimmung extrahierbarer Spurenelemente	Länder (RP)

Norm: in Anlehnung an DIN 19730 | **HBU: 3.2.2.1**

1. Prinzip der Methode:

Die Ammoniumnitrat-Lösung (1 mol/l) extrahiert wasserlösliche und unspezifisch adsorbierte Elemente sowie leicht lösliche metallorganische Komplexe, d.h. leicht mobilisierbare Elemente und Verbindungen aus dem Mineralboden. Die Extraktion mit der ungepufferten Salzlösung findet bei weitgehend unverändertem pH-Wert des Bodens statt und spiegelt damit die stark pH-abhängige Mobilität der meisten Elemente wider. Die Gehalte schwanken element- und substratspezifisch in einem weiten Bereich.
Die Ammoniumnitrat-Extraktion ist ein Verfahren der Bundes-Bodenschutz- und Altlastenverordnung (BBodSchV 1999) zur Wirkungspfad-bezogenen Bewertung anorganischer Schadstoffe.

2. Störungen:

---

3. Geräte:

Analysenwaage (Wägegenauigkeit +/- 0,1 g)
100 ml Kunststoff-Weithalsflasche
Schüttelgerät
Apparatur für Membranfiltration
Membranfilter, 0,45 µm Porenweite
50 ml Kunststoff-Flasche

4. Chemikalien:

Ammoniumnitrat: NH_4NO_3 p.a.
Salpetersäure: HNO_3 65% suprapur

5. Lösungen:

1 M NH_4NO_3-Lösung: 80,04 g NH_4NO_3 p.a. in Wasser lösen und auf 1 l auffüllen.
Verd. Salpetersäure: 10 ml Salpetersäure (4.b) mit Wasser auf 1 l auffüllen.

Anmerkungen:

1. Ammoniumnitrat ist nicht mit einem höheren Reinheitsgrad als p.a. erhältlich. Gebrauchsfertige 1 m Ammoniumnitrat-Lösung gibt es in der Qualität „suprapur“, allerdings besitzt diese keinen höheren Reinheitsgrad, als die Lösung 5.a, sofern bidestilliertes Wasser oder Wasser gleichen Reinheitsgrades verwendet wird.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1
Nach DIN 19730 sollte bei einem Gehalt von >30 Gew.-% organischer Substanz die feldfrische Probe verwendet werden und der Wassergehalt nach DIN ISO 11465

zusätzlich bestimmt werden. Diese Vorgehensweise ist zu bevorzugen, da diese Proben im getrockneten Zustand häufig hydrophob sind und ein Großteil der Extraktionslösung aufgesaugt wird.
Proben aus reduktomorphen Bodenhorizonten sollten ebenfalls feldfrisch untersucht werden.

7. Durchführung:

a) Extraktion:

20 g Boden wird in einer 100 ml-Kunststoff-Flasche mit 50 ml 1 M NH_4NO_3-Lösung versetzt. Bei ton- und/oder huminstoffreichen Böden ist die Erhöhung der Einwaage bei Einhaltung des Feststoff:Extraktionsmittel-Verhältnises von 1:2,5 zu empfehlen, um ein für die Messungen ausreichendes Volumen des Extraktes zu erhalten. Auch das Volumen der Kunststoff-Weithalsflasche ist entsprechend zu erhöhen.
Die Probe wird 2 h bei Raumtemperatur mit etwa 20 Umdrehungen/min geschüttelt. Anschließend läßt man die Weithalsflasche zum Absetzen der festen Bestandteile 15 min ruhen. Die überstehende Lösung wird dekantiert und in eine 50 ml Kunststoff-Flasche membranfiltriert. Nach beendeter Filtration ist dem Extrakt zur Stabilisierung verd. Salpetersäure im Verhältnis 1:100 zuzusetzen (z.B. 0,4 ml Salpetersäure zu 40 ml Extrakt).

Anmerkungen:

1. Abweichend zur DIN 19730 können an Stelle von Membranfiltern langsamlaufende säuregewaschene quantitative Filterpapiere oder –pappen verwendet werden.
2. Nach DIN 19730 sind alle für die Extraktion benötigten Gefäße vor jedem Gebrauch mit verdünnter Salpetersäure zu füllen und 24 h stehen zu lassen.
3. Es sollte mindestens eine Blindprobe bei jeder Untersuchung den vollständigen Extraktionsvorgang, einschließlich Filtration und Extraktstabilisierung, durchlaufen.

b) Bestimmung der Elemente im Extrakt:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
As	**3.1.5**
Pb	**6.1.5**
Cd	**9.1.5**
Cr	**14.1.5**
Co	**15.1.5**
Cu	**32.1.5**
Ni	**42.1.5**
Hg	**47.1.5**
Zn	**73.1.5**

Anmerkungen:

1. Grundsätzlich sollen die Kalibrierungslösungen mit der für den Extrakt verwendeten 1 M NH_4NO_3-Lösung angesetzt und mit dem entsprechenden Volumen Salpetersäure stabilisiert werden. Empfehlenswert ist die Verwendung eines Kalibrations-Blindwertes.
2. Die Blindprobe der jeweiligen Untersuchung sollte mit den eigentlichen Messlösungen gemessen werden, was die Qualitätskontrolle der eingesetzten Reagenzien ermöglicht.
3. Die Konzentration von Spurenelementen ist schon in der unverdünnten NH_4NO_3-Lösung insbesondere in schwach sauren bis alkalischen Böden so gering, dass nur der Einsatz nachweisstarker Geräte (G-AAS, ICP-MS, ICP-AES, ICP-AES mit USN) sinnvoll ist. Hinweise auf häufig vorkommende Gehalte finden sich u.a.: DIN 19730 (1997), Prüeß (1992, 1994) und LABO (2003).

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

4. DIN 19730, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Bodenbeschaffenheit - Extraktion von Spurenelementen mit Ammoniumnitrat-Lösung
5. Prüeß, A. (1992): Vorsorgewerte und Prüfwerte für mobile und mobilisierbare, potentiell ökotoxische Spurenelemente in Böden.- 145 S.; Wendlingen (Grauer).
6. Prüeß, A. (1994) : Einstufung mobiler Spurenelemente in Böden.- In: Rosenkranz, D. et. al. [Hrsg.]: Bodenschutz, Ergänzbares Handbuch der Maßnahmen und Empfehlungen für Schutz, Pflege und Sanierung von Böden, Landschaft und Grundwasser, 3600**:** 1-59; Berlin (E. Schmidt).
7. Bund-Länder-Arbeitsgemeinschaft Bodenschutz (LABO) (2003): Hintergrundwerte für anorganische und organische Stoffe in Böden.- 3 Aufl., 170 S.

Boden	Ammoniumlaktat-Essigsäure-Extrakt zur Orthophosphat-Bestimmung	Länder (BB, MV)

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Das im Boden enthaltene Orthophosphat wird durch Schütteln mit einer auf ca. pH 3,7 eingestellten Lösung aus Essigsäure, Milchsäure und Ammoniumacetat (ALE-Lösung) extrahiert. Nach Filtration wird der Gehalt an Orthophosphat in der Lösung spektrophotometrisch bestimmt.

Anmerkungen:

1. Die Bestimmung des Orthophosphats in Böden durch Extraktion mit Ammoniumlaktat-Essigsäure-Lösung erfolgt im Land Brandenburg und in Mecklenburg-Vorpommern (sowie teilweise in Sachsen-Anhalt) seit etwa 1983.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Schüttelmaschine
500 ml-PE-Flaschen mit Verschluss
geeignetes Filterpapier (z.B. Grünband)
PE-Probenflaschen, 100 ml

4. Chemikalien:

Milchsäure etwa 90 %, reinst (Dichte 1,21 g/ml)
Essigsäure 96 %, reinst
Ammoniumacetat, p.a.

5. Lösungen:

Milchsäure-Stammlösung: 1 kg Milchsäure wird in einem 5 l-Messkolben mit 2 l demin. Wasser verdünnt und zur Hydratisierung 48 h bei 95°C gehalten. Nach dem Abkühlen wird die Konzentration dieser Milchsäure-Stammlösung ermittelt. (Sie sollte etwa 3 molar sein).

Milchsäure-Vorratslösung: Aus Milchsäure-Stammlösung, Essigsäure und Ammoniumacetat wird eine Vorratslösung angesetzt. Die Milchsäuremenge wird dabei so bemessen, dass ihre Konzentration in der Vorratslösung 1 M entspricht. Die benötigte Menge Milchsäure-Stammlösung wird in einem 5 l-Messkolben mit 892,5 ml Essigsäure und 385 g Ammoniumacetat gemischt und mit H_2O_{demin} bis zur Marke aufgefüllt.

ALE-Extraktionslösung: Die Vorratslösung wird im Verhältnis 1:10 mit demin. Wasser verdünnt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:
a) Gewinnung des ALE-Extrakts:
10 g Mineralboden bzw. 5 g Humus (jeweils lufttrocken, < 2mm) werden in 500 ml-PE-Flaschen mit 100 ml ALE-Extraktionslösung versetzt und die verschlossenen Gefäße zwei Stunden in einer Schüttelmaschine über Kopf geschüttelt. Nach Filtration durch geeignete Papierfilter in eine 100 ml-PE-Flasche wird das Orthophosphat photometrisch bestimmt.

b) Bestimmung des Orthophosphats im Extrakt:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
PO_4	**44.2.5**

Anmerkungen:
1. Es ist darauf zu achten, dass als Blindlösung und für das Ansetzen der Standards die ALE-Extraktionslösung verwendet wird.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
---

9. Literatur:
1. Fiedler, H.J. (1965): Die Untersuchung der Böden; Band 2, S. 83-85
2. Just, G. (1983): Bodenuntersuchungen im Labor; in: Anleitung für die forstliche Standortserkundung im nordostdeutschen Tiefland (Standortserkundungs-anleitung). SEA 83 – B – 11; VEB Forstprojektierung Potsdam
3. Riehm, H. (1958): Die Ammoniumlaktatessigsäuremethode zur Bestimmung der leicht löslichen Phosphorsäure in karbonathaltigen Böden. Agrochemica 3, S. 49-65

Boden	Citronensäure-Extrakt zur Phosphat-Bestimmung	Länder (BY)

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die Methode dient zur Bestimmung der Phosphorvorräte vor allem in mineralischen Horizonten von Waldböden.
Durch die citronensaure Lösung werden auch die in neutralem Milieu schwerlöslichen Phosphate gelöst, vor allem die des Ca, Mg, Fe und die entsprechenden schwerlöslichen Co-Phosphate (z. B. $MgNH_4(PO_4)$). Die komplexierende Wirkung der Citrationen unterstützt dabei die Mobilisierung der Phosphate.

2. Störungen:

Bei stark carbonathaltigen Böden werden die Carbonate z. T. aufgelöst.

3. Geräte und Zubehör:

Analysenwaage (+/- 0,01 g)
Wägeschiffchen
Vorratsflasche 20 l
Dispenser für 50 oder 100 ml
Horizontalschütteltisch mit Spannvorrichtungen
100 ml PE-Flaschen Weithals mit Schraubverschluß
Membran-Vakuumfiltrationsanlage
Membranfilter Cellulosenitrat 0,45 µm

4. Chemikalien:

Citronensäure-1-hydrat, p.a.
Konz. HNO_3, p.a.

5. Lösungen:

1 % Citronensäure-Lösung: 130,0 g Citronensäure-1-hydrat p.a. werden in eine 20-l-Vorratsflasche gegeben und mit Reinstwasser auf 13 l aufgefüllt.

Verdünnte Salpetersäure: 1% Lösung aus konz. HNO_3

Anmerkungen:

1. Die angesetzte Citronensäure-Lösung reicht für die Extraktion von rund 100 bis 110 Proben.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1 und A1.3.1

7. Durchführung:

a) Gewinnung der Citronensäure-Extrakte:

Für Mineralböden werden 10,00 ± 0,01 g und für Humusproben 5,00 ± 0,01 g der auf < 2 mm abgesiebten und bei 105 °C getrockneten Probe in die 100 ml PE-Flaschen eingewogen. Man setzt 100 ml der frisch angesetzten Citronensäure-Lösung hinzu und spannt die verschraubten Flaschen liegend auf den Horizontalschütteltisch.
Die Proben werden 2 Stunden geschüttelt, 12 bis 18 Stunden stehengelassen und erneut für 30 Minuten geschüttelt. Beim Schütteln soll der gesamte Bodensatz in der Flasche bewegt werden.
Anschließend läßt man die Suspensionen absitzen und filtriert den Überstand über einen 0,45 µm Membranfilter in eine zweite, saubere 100 ml PE-Flasche. Die Filtrationsapparaturen werden vor der Probenserie einmalig mit 1%-iger HNO_3 und mit Reinstwasser gespült. Vor jeder Probe erfolgt dann ein Vorspülen mit dem entsprechenden Probenextrakt. Die Filtrate werden bis zur Messung bei 4 °C aufbewahrt (Die Filtrate sind rund eine Woche lang haltbar).

b) Analyse der Extrakte:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
PO_4	**44.2.5**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass als Blindlösung und für das Ansetzen der Standards die Citronensäure-Lösung der gleichen Charge verwendet wird.

c) Berechnung des P-Gehaltes in der Bodenprobe:

$$m(P) = \frac{c * V}{EW * 1000}$$

m(P) P-Gehalt in der Bodenprobe in mg/g
c P-Konzentration im Extrakt in mg/l
V Volumen der zugesetzten Citronensäure-Lösung in ml (100 ml)
EW Einwaage der Bodenprobe in g (10 bzw. 5 g)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) VDLUFA-Methode: Bei dieser Methode werden die P-Gesamtgehalte im Extrakt mittels ICP-AES bestimmt. Daher sind die Ergebnisse zur VDLUFA-Methode nur bedingt vergleichbar, da dort aufgrund der photometrischen Bestimmung mittels Vanadat oder als Molybdänblau nur die Ortho-Phosphat-Anteile des Gesamt-P-Gehaltes erfaßt werden.

9. Literatur:

1. VDLUFA, Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten: Handbuch der Landwirtschaftlichen Versuchs- und Untersuchungsmethodik (Methodenhandbuch), Band 1 „Die Untersuchung von Böden“, 4. Auflage 1991, VDLUFA-Verlag Darmstadt, Abschnitt A 6.2.3.4 „Bestimmung von Phosphor im Citronensäureauszug“

Boden	Kaliumchlorid-Extrakt zur Bestimmung der Gesamtazidität und freien H-Azidität	Länder (BB, MV)

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Beim Schütteln des Bodens mit neutraler 1M Kaliumchlorid-Lösung werden H^+- und Al^{3+}-Ionen des Bodenkomplexes gegen K^+-Ionen der Extraktionslösung ausgetauscht. Die Austauschazidität (Gesamtazidität aus H^+- und Al^{3+}-Ionen) wird in einem ersten Aliquot durch Titration mit Natronlauge erfasst. In einem zweiten Aliquot werden die Al^{3+}-Ionen durch Zusatz von NaF maskiert. Dann wird die freie H^+-Azidität durch Titration mit Natronlauge ermittelt.

Anmerkungen:

1. Die Bestimmung der Austauschazidität in Böden durch Titration im KCl-Extrakt erfolgt im Land Brandenburg und in Mecklenburg-Vorpommern (sowie teilweise in Sachsen-Anhalt) seit etwa 1987.

2. Störungen:

Bei stärker gefärbten Lösungen oder auch bei Ausflockungen während der Titration mit 0.1 M NaOH ist die Erkennung des Indikatorumschlages schwierig und kann daher zu einer geringeren Reproduzierbarkeit der Ergebnisse führen. Hier ist auf jeden Fall die potentiometrische Titration zu empfehlen.

3. Geräte und Zubehör:

Schüttelmaschine
500 ml-PE-Flaschen mit Verschluss
geeignetes Filterpapier
Titrator (oder Bürette und Rührer, falls nicht potentiometrisch gearbeitet wird)
PE-Probenflaschen, 100 ml

4. Chemikalien:

Natronlauge (NaOH) 0,1 M (Ampulle)
Kaliumchlorid (KCl) p.a.
Natriumfluorid (NaF) p.a.
Phenolphthaleinlösung 1 % in Ethanol (falls nicht potentiometrisch gearbeitet wird)

5. Lösungen:

1M KCl-Lösung:	74,56 g KCl werden in einem Messkolben mit demin. Wasser auf 1 l aufgefüllt.
0,02 M NaOH:	200 ml einer 0,1 M Natronlauge werden in einem Messkolben mit demin. Wasser auf 1 l aufgefüllt.
1 M NaF-Lösung:	4,2 g NaF werden in einem Messkolben mit demin. Wasser auf 100 ml aufgefüllt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.3 und A1.3.1

7. Durchführung:
a) Gewinnung der KCl-Extrakte der Bodenproben:
10 g Mineralboden, 5 g humoser Boden bzw. 2 g Humus (jeweils lufttrocken, < 2 mm) werden in 500 ml-PE-Flaschen mit 100 ml 1 M KCl-Lösung versetzt und die verschlossenen Gefäße eine Stunde in einer Schüttelmaschine über Kopf geschüttelt. Anschließend wird durch Papierfilter in eine PE-Probenflasche filtriert.

b) Bestimmung der Gesamtazidität in der Extraktionslösung:
Für die Gesamtazidität werden 25 ml Filtrat mit 0,02 M NaOH manuell (gegen Phenolphthalein) oder mit einem Titriergerät (bis pH 8,2) titriert.

c) Bestimmung der freien H^+-Azidität in der Extraktionslösung:
Für die freie H-Azidität werden weitere 25 ml Filtrat mit 1 ml NaF-Lösung (oder einer Spatelspitze festem NaF) versetzt und nach gutem Durchmischen in gleicher Weise titriert.

d) Berechnung der Gesamtazidität und der freien H-Azidität:

Die Gesamtazidität wird berechnet nach:

$$GAz = \frac{(V1 - V2) * 1000 * K * M}{E * N}$$

Hierin bedeuten:
GAz = Gesamtazidität in $mmol_c$/100g Boden)
V1 = Volumen der bei der Probe bis zum Erreichen des pH-Wertes 8,2 verbrauchten Natronlauge, in ml
V2 = Volumen der bei der Blindprobe bis zum Erreichen des pH-Wertes 8,2 verbrauchten Natronlauge, in ml
1000 = Umrechnungsfaktor auf 1 kg Boden
K = Konzentration der Natronlauge in mol/l
M = Menge Extraktionsmittel (100 ml)
E = Bodeneinwaage (2, 5 oder 10g)
N = Menge des zur Titration eingesetzten Filtrats (25 ml)

Die freie H^+-Azidität wird in gleicher Weise wie die Gesamtazidität berechnet.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
---

9. Literatur:
1. Thomas, G.W. (1982): Exchangeable Cations. In: Page, A.L. et al: Methods of Soil Analysis, Part 2, S. 159 - 165

Boden Humus	Teil A3.3: Aufschlussverfahren	BZE Level I+II Länder

Boden Humus	Gesamtaufschluss mit HNO_3 und HF	BZE
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Der Salpetersäure/Flusssäure-Aufschluss ist ein Aufschluss, bei dem sich die oxidierende Wirkung der Salpetersäure und die silikatauflösende Wirkung der Flusssäure verbinden. Dabei wird zum einen das Nitrat (mit N^{V}) zu nitrosen Gasen (NO_X, mit N^{II-IV}) umgewandelt und der dabei abgespaltene Sauerstoff bewirkt die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen:

$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$.

Zum anderen überführt die Flusssäure alle Silikate in Fluorokieselsäure, die beim Abrauchen in flüchtiges Siliziumtetrafluorid und Flusssäure zerfällt und so die Silikate aus dem System entfernt:

$SiO_2 + 6\ HF \rightarrow H_2SiF_6 + 2\ H_2O$

$H_2SiF_6 \rightarrow SiF_4 + 2\ HF$

Organische Substanzen werden in diesem Aufschluß vollständig aufgeschlossen:

$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ O_2 \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$

Mineralische Substanzen des Humus werden bis auf wenige spezielle Minerale (z.B. manche Zirkonverbindungen, Topas) vollständig aufgeschlossen.

Der Aufschluss wird in einem Druckgefäß mit Teflonbecher durchgeführt, weil so mit der leicht flüchtigen Salpetersäure und Flusssäure bei 170 bis 190 °C aufgeschlossen werden kann.

2. Störungen:

Da die oxidierende Wirkung des HF/HNO_3-Gemisches nicht so stark ist wie die der reinen Salpetersäure, ist bei Bodenproben mit hohem Humusgehalt manchmal ein Voraufschluss mit reiner Salpetersäure zum vollständigen Aufschluss der organischen Substanz nötig.

Einige Verbindungen werden unter Umständen nicht vollständig aufgeschlossen, wenn sie chemisch stabil oder die Proben nicht fein genug gemahlen sind. In einigen Fällen können auch beim Aufschluss schwerlösliche Phasen ausfallen. Betroffen durch unvollständigen Aufschluss oder Ausfällung können beispielsweise folgende Elemente bzw. Phasen sein: Oxide von Al und Ti; Fluoride von Al, Ca; Sulfate von Ba, Pb, und Sr.

Es besteht hohe Kontaminationsgefahr. Kontaminationen lassen sich durch Spülen der verwendeten Geräte mit verdünnter Salpetersäure nachhaltig zurückdrängen. Als Aufschlussgefäße sind speziell für diese Anwendung entwickelte Teflonbehälter oder artverwandte Materialien zu verwenden. Dadurch wird die Gefahr von Memory-Effekten erheblich gemindert.

3. Geräte und Zubehör:
Aufschluss-Apparatur mit Teflon-Aufschlussbechern (eine mögliche Aufschlussapparatur siehe Anhang 1)
Heizplatte mit Temperatursteuerung, alternativ: Trockenschrank mit Temperatursteuerung
Waage (Wägegenauigkeit +/- 0,1 mg)
Messkolben 50 ml aus Duran-Glas oder PFA
PFA-Flaschen 50 ml
Keramikspatel
Pipetten
Dispensetten

4. Chemikalien:
Salpetersäure (HNO_3), 65 % p.a. plus
Flußsäure (HF), 40 % p.a.

5. Lösungen:
Spülsäure 5 % p.a. plus: 80 ml konz. HNO_3 p.a. plus werden mit einem Messzylinder abgemessen und in einem 1 l-Becherglas mit H_2O demin. reinst auf 1 l aufgefüllt und in eine 2 l-PE-Flasche mit Dispensetten-Aufsatz überführt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1

7. Durchführung:

Sicherheitshinweise:
1. Die Arbeiten müssen in einem für Flusssäure geeigneten Abzug durchgeführt werden!
2. Es sind die einschlägigen Sicherheitshinweise für das Arbeiten mit Flusssäure zu beachten!

a) Durchführung des Aufschlusses
1.) Voraufschluss
(nur nötig bei Bodenproben mit hohem Humusanteil und Humusproben sowie bei Aufschlusswiederholung, wenn sich nach dem Gesamtaufschluss ein schwarzer Niederschlag gezeigt hat)
In die Teflonbecher werden jeweils ca. 200 mg Probe auf 0,1 mg genau mit der Mikrowaage eingewogen. Unter dem Abzug werden 4 ml konz. HNO_3 mit einer Pipette so zugesetzt, dass diese langsam an der Teflonbecherwand herunterläuft. Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Nach Auflegen der Deckel werden die Becher 1 Stunde bei Zimmertemperatur stehengelassen, damit die Probe mit der Säure vorreagieren kann. Anschließend werden die nummerierten Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt und der Aufschlussblock verschraubt. Danach wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und langsam

(innerhalb 1 Stunde) auf 175°C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 6 Stunden gehalten und so die Proben (über Nacht) aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen läßt man die Aufschlussblöcke abkühlen und öffnet sie. Die Tiegeldeckel werden beim Abheben vom Tiegel etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann. Die Tiegeldeckel werden mit H_2O demin. gespült und für den Gesamtaufschluss beiseite gelegt. Als Staubschutz werden sie mit einem Blatt Zellstoff abgedeckt.
Danach werden die Teflontiegel mit der Aufschlusslösung in eine Abraucheinheit unter einem Abzug gestellt und bei maximal 120 °C fast bis zur Trockne abgeraucht.

Anmerkungen:

1. Beim Einwiegen der Probe in den Teflonbecher sollte sie mit dem Spatel möglichst tief in den Becher eingeführt werden, da durch elektrostatische Aufladung des Bechers sonst viel Probenmaterial am Becherrand hängen bleibt.
2. Die Heizplatte bzw. der Trockenschrank für den Aufschluss sollten wegen der Freisetzung nitroser Gase unter einem Abzug stehen bzw. mit Absaugvorrichtungen versehen sein.
3. Die Verwendung geschlossener Abraucheinheiten (siehe Anhang 1) ist sehr sinnvoll, da so eine Kontamination während des Abrauchens weitgehend verhindert werden kann.

2.) Gesamtaufschluss

Falls kein Voraufschluss nötig war, werden in Teflonbecher jeweils ca. 200 mg Probe mit der Mikrowaage eingewogen. Ansonsten wird der Gesamtaufschluss mit den fast zur Trockne abgerauchten Proben in den Teflonbechern durchgeführt. Unter dem Abzug werden der Probe 4 ml konz. HNO_3 und 2 ml HF bei Humusproben bzw. 2 ml konz. HNO_3 und 2 ml HF bei Bodenproben mit einer Pipette so zugesetzt, dass diese langsam an der Teflonbecherwand herunterläuft. Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Nach Auflegen der Deckel werden die Becher eine Stunde bei Zimmertemperatur stehengelassen, damit die Probe mit der Säure vorreagieren kann. Wurde ein Voraufschluss durchgeführt, kann dieser Punkt entfallen.
Die nummerierten Teflonbecher werden in den Aufschlussblock gesetzt und der Aufschlussblock verschraubt. Anschließend wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und langsam (innerhalb einer Stunde) auf 175 °C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 6 Stunden gehalten und so die Proben (über Nacht) aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen lässt man die Aufschlussblöcke abkühlen und öffnet sie. Die Tiegeldeckel werden beim abheben vom Tiegel etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann. Die Tiegeldeckel werden mit H_2O demin. gespült und für den abschließenden Löseschritt beiseite gelegt. Als Staubschutz werden sie mit einem Blatt Zellstoff abgedeckt.
Danach werden die Teflontiegel mit der Aufschlusslösung in eine Abraucheinheit unter einem Abzug gestellt und bei maximal 120 °C fast bis zur Trockne abgeraucht.

Anmerkungen:

1. Beim Arbeiten mit HF immer Latex-Handschuhe anziehen und für mögliche Unfälle die Salbe gegen HF-Verätzungen bereitlegen!
2. Beim Einwiegen der Probe in den Teflonbecher sollte sie mit dem Spatel möglichst tief in den Becher eingeführt werden, da durch elektrostatische Aufladung des Bechers sonst viel Probenmaterial am Becherrand hängen bleibt.
3. Die Heizplatte bzw. der Trockenschrank für den Aufschluss sollten wegen der Freisetzung nitroser Gase unter einem Abzug stehen bzw. mit Absaugvorrichtungen versehen sein.
4. Die Verwendung geschlossener Abraucheinheiten (siehe Anhang 1) ist sehr sinnvoll, da so eine Kontamination während des Abrauchens weitgehend verhindert werden kann.

3.) abschließender Löseschritt

Der im Teflonbecher verbliebene Abrauch-Rückstand wird mit 2 ml konz. HNO_3 versetzt und anschließend mit der Dispensette 15 ml H_2O demin. reinst zugegeben. Die Teflondeckel werden aufgelegt, die geschlossenen Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt und dieser verschraubt. Anschließend wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und auf 150 °C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 1 Stunde gehalten und so der Abrauchrückstand in Lösung gebracht.

Nach Beendigung des Löseschritts wird die Aufschlusseinheit geöffnet. Im Tiegel müssen sich nun klare Lösungen befinden. (ist dies nicht der Fall, muss der Aufschluss mit Voraufschluss wiederholt werden.)

Zum Überführen der Aufschlusslösung wird jeweils 1 Becher eines Blocks herausgenommen und der Deckel vorsichtig abgenommen. Durch vorsichtiges Schräghalten des Deckels und leichtes Klopfen auf den Rand des Teflonbechers wird am Deckel befindliches Kondensat in den Becher gespült. Dann wird die Aufschlusslösung vorsichtig direkt aus dem Teflonbecher in einen 50 ml-Messkolben geschüttet. Anschließend wird der Becher 3-mal mit je 10 ml demin. reinst aus der Dispensette nachgespült und die Spüllösung auch in den Meßkolben geschüttet. Der Messkolben wird mit H_2O demin. aufgefüllt, verschlossen und geschüttelt. Die Aufschlusslösung wird anschließend in eine 50 ml PFA-Flasche gefüllt.

Anmerkungen:

1. Sollte sich der Abrauchrückstand nicht vollständig gelöst haben, kann der Löseaufschluss nach Zusatz von etwas HCl wiederholt werden.
2. Reinigung der verwendeten Gefäße und Filter:
   Teflonbecher:
   Nach jedem Aufschluß innerhalb sowie am Ende der Serie werden die Teflonbecher mit 5%iger Spülsäure bis an den Rand gefüllt und die Deckel aufgelegt. Sollten sich im Teflontiegel nach dem Aufschluß leichte Verfärbungen zeigen, werden diese vorher mit einem weichen Zellstofftuch und etwas H_2O demin. reinst vorsichtig ausgewischt. Nach einer Stunde werden die Becher entleert, mit H_2O demin. reinst gründlich ausgespült und im Trockenschrank bei 60 °C (niemals über 60 °C!) mit einem Papier abgedeckt getrocknet.
   Messkolben:

Der 50 ml-Messkolben wird bis an den Rand mit Spülsäure gefüllt und der Stopfen eingesetzt. Erst direkt vor der Benutzung wird der Kolben mit H_2O demin. reinst säurefrei gespült.
PFA-Flaschen:
Die 50 ml-PFA-Flaschen werden mit 25 ml Spülsäure gefüllt, auf der Schüttelmaschine 1 Stunde geschüttelt und anschließend mit H_2O demin. reinst säurefrei gespült. Dann werden sie im Trockenschrank bei 50 °C mit Papier abgedeckt getrocknet.

übrige Geräte:
Die Pipette zum Dosieren der konz. HNO_3 und der HF muss nach der täglichen Benutzung mit H_2O demin. gründlich gespült werden, um Korrosion von Bauteilen zu verhindern. Die Pipettenspitzen dürfen nicht länger als eine Serie verwendet werden.

b.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.6**
As	**3.1.6**
Ba	**4.1.6**
Pb	**6.1.6**
Cd	**9.1.6**
Ca	**11.1.6**
Cr	**14.1.6**
Co	**15.1.6**
Fe	**17.1.6**
K	**30.1.6**
Cu	**32.1.6**
Mg	**36.1.6**
Mn	**37.1.6**
Mo	**38.1.6**
Na	**39.1.6**
Ni	**42.1.6**
P	**44.1.6**
S	**54.1.6**

Element	HFA-Methode Teil D
Ti	**64.1.6**
Zn	**73.1.6**
Zr	**75.1.6**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF mit Mikrowelle, Methode A3.3.2: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar.

b) Gesamtaufschluss mit $HClO_4$/HNO_3/HF mit Mikrowelle, Methode A3.3.5: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar; allerdings kann es nach Erfahrungen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik beim HNO_3/HF/$HClO_4$-Aufschluss zu Minderbefunden bei Chrom insbesondere in Humusproben kommen.

9. Literatur:

1. DIN ISO 14869-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): Bodenbeschaffenheit - Aufschlussverfahren zur nachfolgenden Bestimmung von Element-Gesamtgehalten - Teil 1: Aufschluss mit Flusssäure und Perchlorsäure; veröffentlicht in HBU 3.1.3.3a
2. Heinrich und Herrmann (1990): Praktikum der analytischen Geochemie; Springer-Verlag, Berlin
3. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethoden DANF1.1 Boden und Humus
4. Picotrace-Betriebsanleitung
5. Sulcek u. Povondra (1989): Methods of Decomposition in Inorganic Analysis, Boca Raton

ANHANG 1

Beschreibung des Gesamtaufschlusses unter Verwendung der Aufschlussapparatur Picotrace (aus: König u. Fortmann (1996), Methode DANF1.1 Humus)

1.) Voraufschluss

In die 16 Teflonbecher werden jeweils ca. 100 mg Probe mit der Mikrowaage eingewogen. Die Probe muss dabei möglichst tief in den Becher eingeführt werden, da durch elektrostatische Aufladung des Bechers sonst viel Probenmaterial am Becherrand hängen bleibt. Manchmal ist es sogar am besten, das Material direkt aus der Probenflasche in den Teflonbecher zu schütten. Pro Becher-Satz (16) werden 1 Kontroll-Standard-Aufschluss sowie 2 Blindaufschlüsse durchgeführt.

Nach dem Einwiegen werden die nummerierten Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt. Unter dem Abzug werden der Probe 4 ml konz. HNO_3 (p.a. plus) mit einer Pipette so zugesetzt, dass diese langsam an der Teflonbecherwand herunterläuft. Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Nach Auflegen der Deckel werden die Becher eine Stunde bei Zimmertemperatur stehengelassen, damit die Probe mit der Säure vorreagieren kann. Nach nochmaligem Umschwenken werden die Stützplatten auf die Deckel und die Andruckplatte auf den Block gelegt und die 6 Plattenandruckschrauben von Hand festgedreht. Danach werden die 16 Andruckschrauben für die Tiegeldeckel ebenfalls von Hand festgeschraubt. Auf gleiche Weise wird mit dem anderen Aufschlussblock verfahren.

- Temperaturfühler in einen der beiden Aufschlussblöcke stecken.
- Kippschalter an der Rückwand der Steuereinheit der Heizplatte betätigen.
- Mit Taste “Prog“ Programm 1 anwählen (siehe Tabelle 1).
- Mit grüner Taste das Programm starten.

Anschließend werden die Proben unter dem Abzug auf der Heizplatte bei 175 °C 10 Stunden lang über Nacht aufgeschlossen.

Am nächsten Morgen werden die Blöcke nach Anschluss des Kühlwasserschlauches an die Steckverbindung des Aufschlussblockes mit kaltem Wasser abgekühlt. Dabei müssen die Andruckschrauben für die Tiegeldeckel nachgezogen werden, damit keine Aufschlusslösung entweichen kann. Nach dem vollständigen Abkühlen werden die Andruckschrauben gelöst, die Andruckplatte entfernt und die Stützplatten von den Tiegeldeckeln genommen. Die Tiegeldeckel werden beim Abheben vom Tiegel etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann. Die Tiegeldeckel werden mit H_2O demin. gespült und für den Gesamtaufschluss beiseite gelegt. Als Staubschutz werden sie mit einem Blatt Zellstoff abgedeckt.

Die Einheit zum geschlossenen Abrauchen der im Tiegel verbliebenen HNO_3 wird auf die Tiegel gesetzt. Darüber wird eine spezielle Andruckplatte zum Fixieren der Abraucheinheit gelegt und die 6 Andruckschrauben vorsichtig gleichmäßig festgeschraubt. Die Absaugeinheit wird mit Blindstopfen und Absaug- sowie Zuluftstutzen

versehen. Die Absaug- und Zuluftstutzen müssen mit ihrer Markierung immer in Richtung der Tiegel zeigen. Der Absaugstutzen wird mit der Wasserstrahlpumpe verbunden, wobei die Luft durch eine mit Teflonspänen und 1 M NaOH gefüllte Waschflasche gesaugt wird, um das abgesaugte saure Kondensat zu neutralisieren. Die Absaugmenge ist optimal eingestellt, wenn ca. 2 Luftblasen/sek und Absaugeinheit abgesaugt werden.
Das Temperaturprogramm 2 (siehe Tabelle 1) wird gestartet.
Nach Beendigung des Abrauchens und Abkühlens des Aufschlussblocks (siehe oben) wird die Abraucheinheit vom Aufschlussblock entfernt.

2.) Gesamtaufschluss

Wenn kein Voraufschluss durchgeführt wurde, werden in die 16 Teflonbecher jeweils ca. 100 mg Probe mit der Mikrowaage eingewogen. Die Probe muß dabei möglichst tief in den Becher eingeführt werden, da durch elektrostatische Aufladung des Bechers sonst viel Probenmaterial am Becherrand hängen bleibt. Manchmal ist es sogar am besten, das Material direkt aus der Probenflasche in den Teflonbecher zu schütten. Pro Becher-Satz (16) werden 1 Kontroll-Standard-Aufschluss sowie 2 Blindaufschlüsse durchgeführt.
Nach dem Einwiegen werden die nummerierten Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt. Unter dem Abzug werden 4 ml konz. HNO_3 und 2 ml HF mit der Pipette vorsichtig an der Teflonbecherwand den Proben zugesetzt. Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Nach Auflegen der Deckel werden die Becher eine Stunde bei Zimmertemperatur stehengelassen, damit die Probe mit der Säure vorreagieren kann. Wurde ein Voraufschluss durchgeführt, kann dieser Punkt entfallen. Nach nochmaligem Umschwenken werden die Stützplatten auf die Deckel und die Andruckplatte auf den Block gelegt und die 6 Plattenandruckschrauben von Hand festgedreht. Danach werden die 16 Andruckschrauben für die Tiegeldeckel ebenfalls von Hand festgeschraubt. Auf gleiche Weise wird mit dem anderen Aufschlussblock verfahren.

- Temperaturfühler in einen der beiden Aufschlussblöcke stecken.
- Kippschalter an der Rückwand der Steuereinheit der Heizplatte betätigen.
- Mit Taste “Prog“ Programm 1 anwählen (siehe Tabelle1).
- Mit grüner Taste das Programm starten.

Anschließend werden die Proben unter dem Abzug auf der Heizplatte bei 175 °C 10 Stunden lang über Nacht aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen werden die Blöcke nach Anschluss des Kühlwasserschlauches an die Steckverbindung des Aufschlussblockes mit kaltem Wasser abgekühlt. Dabei müssen die Andruckschrauben für die Tiegeldeckel nachgezogen werden, damit keine Aufschlusslösung entweichen kann. Nach dem vollständigen Abkühlen werden die Andruckschrauben gelöst, die Andruckplatte entfernt und die Stützplatten von den Tiegeldeckeln genommen. Die Tiegeldeckel werden beim Abheben vom Tiegel etwas schräg gehalten wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann. Die Tiegeldeckel werden mit H_2O demin. gespült und für den Löseschritt beiseite gelegt. Als Staubschutz werden sie mit einem Blatt Zellstoff abgedeckt.

Die Einheit zum geschlossenen Abrauchen des im Tiegel verbliebenen HF/HNO_3-Gemisches wird auf die Tiegel gesetzt. Darüber wird eine spezielle Andruckplatte zum Fixieren der Abraucheinheit gelegt und die 6 Andruckschrauben vorsichtig gleichmäßig festgeschraubt. Die Absaugeinheit wird mit Blindstopfen und Absaug- sowie Zuluftstutzen versehen. Die Absaug- und Zuluftstutzen müssen mit ihrer Markierung immer in Richtung der Tiegel zeigen. Der Absaugstutzen wird mit der Wasserstrahlpumpe verbunden, wobei die Luft durch eine mit Teflonspänen und 1 M NaOH gefüllten Waschflasche gesaugt wird, um das abgesaugte saure Kondensat zu neutralisieren. Die Absaugmenge ist optimal eingestellt, wenn ca. 2 Luftblasen/sek und Absaugeinheit abgesaugt werden.
Das Temperaturprogramm 2 (siehe Tabelle 1) wird gestartet.
Nach Beendigung des Abrauchens und Abkühlens des Aufschlussblocks (siehe oben) wird die Abraucheinheit vom Aufschlussblock entfernt.

3.) abschließender Löseschritt

Der im Tiegel verbliebene Abrauch-Rückstand wird mit 2 ml konz. HNO_3 versetzt und anschließend mit der Dispensette 15 ml H_2O demin. reinst zugegeben. Die Tiegeldeckel werden aufgelegt und die Aufschlusseinheit wie unter Abschnitt 2. beschrieben geschlossen.
Nach Beendigung des Löseschritts wird die Aufschlusseinheit geöffnet. Im Tiegel müssen sich nun klare Lösungen befinden. (ist dies nicht der Fall, muss der Aufschluss mit Voraufschluss wiederholt werden.)
Zum Überführen der Aufschlusslösung wird jeweils ein Becher eines Blocks herausgenommen und der Deckel vorsichtig abgenommen. Durch vorsichtiges Schräghalten des Deckels und leichtes Klopfen auf den Rand des Teflonbechers wird am Deckel befindliches Kondensat in den Becher gespült. Dann wird die Aufschlusslösung vorsichtig direkt aus dem Teflonbecher in den Glaskolben geschüttet. Anschließend wird der Becher 3-mal mit je 10 ml H_2O demin. aus der Dispensette nachgespült und die Spüllösung auch in den Messkolben geschüttet. Der Messkolben wird mit H_2O demin. aufgefüllt, verschlossen und geschüttelt. Die Aufschlusslösung wird anschließend in eine 50 ml PFA-Flasche gefüllt.
Der 50 ml Kolben wird 3 mal mit je 10 ml H_2O demin., anschließend 3 mal mit wenig Spülsäure und dann wieder 3 mal je 10 ml H_2O demin. ausgespült. Anschließend wird die nächste Probe auf die gleiche Weise überführt.

Tabelle 1: verwendete Temperaturprogramme

Temperaturprogramm 1: Druckaufschluss bzw. Voraufschluss

Segment-Nr.	0	1	2	3	4	5
Zeit	0 min (skip)	30 min	60 min	10 Stunden	8 Stunden	Ende
Temperatur	20 °C	90 °C	225 °C	225 °C	20 °C	

Temperaturprogramm 2: Abrauchen

Segment-Nr.	0	1	2	3
Zeit	0 min (skip)	30 min	6 Stunden	Ende
Temperatur	20 °C	150 °C	150 °C	

Temperaturprogramm 3: Löseaufschluss

Segment-Nr.	0	1	2	3
Zeit	0 min (skip)	30 min	90 min	Ende
Temperatur	20 °C	185 °C	185 °C	

Boden Humus	Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF mit Mikrowelle	BZE
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Der Salpetersäure/Flusssäure-Aufschluss ist ein Aufschluss, bei dem sich die oxidierende Wirkung der Salpetersäure und die silikatauflösende Wirkung der Flusssäure verbinden.

Dabei wird zum einen das Nitrat (mit N^{V}) zu nitrosen Gasen (NO_X, mit N^{II-IV}) umgewandelt und der dabei abgespaltene Sauerstoff bewirkt die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen:

$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$

Zum anderen überführt die Flusssäure alle Silikate in Fluorokieselsäure, die beim Abrauchen in flüchtiges Siliziumtetrafluorid und Flusssäure zerfällt und so die Silikate aus dem System entfernt:

$SiO_2 + 6\ HF \rightarrow H_2SiF_6 + 2\ H_2O$

$H_2SiF_6 \rightarrow SiF_4 + 2\ HF$

Organische Substanzen werden in diesem Aufschluß vollständig aufgeschlossen:

$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ O_2 \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$

Mineralische Substanzen werden bis auf wenige spezielle Fälle (z.B. manche Zirkonverbindungen, Topas) vollständig aufgeschlossen.

Zur Beschleunigung und Vervollständigung des Aufschlusses sowie zur Vermeidung von Kontaminationen wird bei erhöhten Temperaturen (170 – 240°C) in verschlossenen Druckbehältern aus Kunststoff gearbeitet. Die Energiezufuhr erfolgt durch ein Mikrowellen-System.

2. Störungen:

Da die oxidierende Wirkung von Salpetersäure- / Flusssäuregemisches nicht so stark ist wie die der reinen Salpetersäure, hat sich im Falle hoher Kohlenstoffgehalte ein Voraufschluss mit konzentrierter Salpetersäure bewährt. Dunkel gefärbte kohlenstoffhaltige Rückstände werden dadurch vermieden.

Einige Verbindungen werden unter Umständen nicht vollständig aufgeschlossen, wenn sie chemisch stabil oder die Proben nicht fein genug gemahlen sind. In einigen Fällen können auch beim Aufschluss schwerlösliche Phasen ausfallen. Betroffen durch unvollständigen Aufschluss oder Ausfällung können beispielsweise folgende Elemente bzw. Phasen sein: Oxide von Al und Ti; Fluoride von Al, Ca; Sulfate von Ba, Pb, und Sr. Nach dem Abrauchen hat sich ein zusätzlicher Löseschritt mit verdünnter Salpetersäure bei etwa 150°C unter Druck bewährt.

Es besteht hohe Kontaminationsgefahr. Kontaminationen lassen sich durch Spülen der verwendeten Geräte mit verdünnter Salpetersäure nachhaltig zurückdrängen. Als Aufschlussgefäße sind speziell für diese Anwendung entwickelte Teflonbehälter oder artverwandte Materialien zu verwenden. Dadurch wird der Gefahr von Memory-Effekten erheblich gemindert.

3. Geräte und Zubehör:

Mikrowellenofen mit Teflon-Aufschluss-Behältern inkl. Abraucheinheiten (siehe Anmerkung 1)
Waage (mindest Genauigkeit ± 0,1 mg)
Wägeschiffchen (wenn nicht direkt in die Aufschlussbehälter eingewogen wird)
Messkolben 50 ml Duran-Glas oder PFA-Messkolben
Trichter
PFA-Flaschen 50 ml
Spatel z.B. aus Keramik
Pipetten

Anmerkungen:

1. Auf dem Markt werden eine Reihe sehr hoch entwickelter Druck-Aufschluss-Systeme auf Basis der Mikrowellentechnologie angeboten. Sie erlauben ein sicheres Arbeiten mit der stark giftigen Flusssäure. Moderne Geräte lassen nicht nur eine Druck- sondern häufig auch eine Temperaturkontrolle zu. Die Aufschlussparameter (Temperatur / Energie, Zeit, Druck) sind mit dem Ziel eines Gesamt-Aufschlusses für das jeweilige Aufschluss-System zu optimieren.
   Die Herstellerfirmen bieten meist Komplettlösungen mit einer Abrauch-Einheit für Flusssäure an. Dadurch wird ein Höchstmaß an Arbeitssicherheit und Kontaminationsfreiheit gewährleistet. Die Angaben des Geräteherstellers sind dabei unbedingt zu beachten.

4. Chemikalien:

Salpetersäure, HNO_3, 65 % (s = 1,40 g/ml) subboiled oder vergleichbare Reinheit
Flusssäure, HF, 40% (s = 1,13 g/ml), p.A oder suprapur
NaOH, techn.
Borsäure: H_3BO_3 (techn.)

5. Lösungen:

Absorptionslösung Natronlauge:	nach Angaben der Hersteller der Adsorptionseinheit
und/oder	
Adsorptionslösung Borsäure:	gesättigte Lösung

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1

7. Durchführung:

Für den jeweiligen Gerätetyp sind die Angaben und Empfehlungen des Herstellers zu beachten. Die folgenden Ausführungen sind daher sinngemäß auf das zur Verfügung stehende Aufschlusssystem zu übernehmen.

Sicherheitshinweis:
Es sind die einschlägigen Sicherheitshinweise für das Arbeiten mit Flusssäure zu beachten!

a.) Aufschluss:

1.) Vorbereitung des Aufschlusssystems

Zur Reinigung können in die Aufschlussbehälter jeweils etwa 8 ml konz. HNO_3 gegeben werden. Diese werden verschlossen und in der Mikrowelle erwärmt (Reinigungsprogramm). Das Säuregemisch wird nach dem Abkühlen verworfen, die Aufschlussbehälter anschließend gründlich mit Reinstwasser gespült.

2.) Aufschluss:

200 mg Probe werden auf 0,1 mg eingewogen und können mit wenig Reinstwasser befeuchtet werden. Es erfolgt die Zugabe von 2 ml HNO_3, 2 ml HF. Vor allem bei erhöhten Kohlenstoffgehalten kann das HNO_3-Volumen erhöht werden. Mögliche Vorreaktionen werden abgewartet (am besten über Nacht). Die Belüftungsventile der Behälterdeckel bleiben hierfür geöffnet. Nach dem Schließen der Ventile/Behälter erfolgt die mikrowellenunterstützte Aufheizung.

Je nach Geräthersteller haben sich folgende Temperatur-Zeitprogramme oder Leistungs-Zeitprogramme bewährt:

Temperatur-Zeitprogamm

Stufe	Aufheizzeit [Minuten]	Temperatur [°C]	Halte Zeit [Minuten]
1	5	100	3
2	6	150	5
3	5	200	10
4	10	220	5
5	10	230	5

Leistungs-Zeitprogramm

Stufe	Leistung [W]	Halte Zeit [Min.]
1	300	10
2	800	5
3	120	2
4	500	3
5	0	25

Nach der Stufe 5 werden die Aufschlussbehälter auf Zimmertemperatur abgekühlt.

Anmerkungen:

1. Es wird jeweils eine Blindprobe (Blindaufschluss) zur Prüfung der Gefäß- und Reagenzien-Reinheit durchgeführt.
2. Es sollten sich möglichst gleich reaktive Proben auf einem Probenteller des Mikrowellen-Aufschluss-Systems befinden.

3.) Abrauchschritt:
Nach dem Abkühlen und Belüften werden die Deckel entfernt, wobei evtl. anhaftende Tropfen mit Reinstwasser in den Aufschlussbehälter gespült werden. Die Innenbehälter werden mit den für das Abrauchen vorgesehenen Deckeln verschlossen und in den Drehteller der Abraucheinheit gestellt. Zum Abrauchen der Säuredämpfe wird die verschraubte Einheit in der Mikrowelle mit Absorptionsflaschen verbunden, die an einer Unterdruckpumpe angeschlossen sind. Die Säuredämpfe werden im Waschsystem nach Herstellerangaben mit gesättigter Borsäure und/oder Natronlauge neutralisiert. Es folgt das Abrauchen der Probe bis zur Trockene. Dazu ist ein Temperaturprogramm zu entwickeln, die ein allmähliches Einengen der Aufschlusslösung gewährleistet. Anfänglich kann etwas stärker eingeengt werden. Zum Ende muss die Energie Zufuhr vorsichtiger erfolgen, damit die ausfallenden Feststoffe nicht in die Aufschlussbehälter einbrennen. Die gesamte Prozedur dauert für gewöhnlich 1 bis 1,5 Stunden.

4.) Löseschritt:
Der Rückstand kann mit einigen Tropfen Wasser befeuchtet werden. Es werden 2ml konz. HNO_3 und anschließend 10 ml Reinstwasser zugegeben. Die Aufschlussbehälter werden in der Mikrowelle unter Druck auf bis ca. 150° C erwärmt. Der Lösungsaufschluss erfolgt, je nach Gerätehersteller, innerhalb von 10-30 Minuten.
Die klaren Lösungen werden nach dem Abkühlen mit Reinstwasser in einen Messkolben überführt.

b.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.6**
As	**3.1.6**
Ba	**4.1.6**
Pb	**6.1.6**
Cd	**9.1.6**
Ca	**11.1.6**
Cr	**14.1.6**
Co	**15.1.6**
Fe	**17.1.6**
K	**30.1.6**
Cu	**32.1.6**
Mg	**36.1.6**

Element	HFA-Methode Teil D
Mn	**37.1.6**
Mo	**38.1.6**
Na	**39.1.6**
Ni	**42.1.6**
P	**44.1.6**
S	**54.1.6**
Ti	**64.1.6**
Zn	**73.1.6**
Zr	**75.1.6**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, das für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF, Methode A3.3.1: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar.

b.) Gesamtaufschluss mit $HClO_4$/HNO_3/HF mit Mikrowelle, Methode A3.3.5: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar; allerdings kann es nach Erfahrungen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik beim HNO_3/HF/$HClO_4$-Aufschluss zu Minderbefunden bei Chrom insbesondere in Humusproben kommen.

9. Literatur:

1. Methodenvorschrift der BZE, AG Forstl. Analytik, 11. Treffen, 1999
2. Untersuchung zum Druckaufschluss von Boden- u. Gesteinsproben, G. Ilgen und H. J. Fiedler, Chem. Erde 51 (1991), 297-305, G. Fischer Verlag, Jena
3. HF-Totalaufschluß im geschlossenen System für Element- und Spurenelementbestimmungen in Boden, Klärschlamm, Sediment u.ä. Proben, P. Schramel, G. Lill und R. Seif, Fresenius Z Anal Chem (1987; 135-138
4. Bedienungsanleitungen mega 1200 (1991) und ETHOS plus (2001), Fa. Mirkowellen-Laborsysteme GmbH, Auenweg 37, D-88299 Leutkirch
5. MARS 5 Benutzerhandbuch Vers. 1/2000 Fa. CEM GmbH, Carl-Friedrich-Gauss-Str.9, 47475 Kamp-Lintfort
6. Heinrichs, H. und A. G. Herrmann (1990): Praktikum der analytischen Geochemie. Springer, Berlin.

Boden Humus	Königswasser-Extrakt	BZE Level I+II
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11466	**HBU: 3.1.3.1a**	

1. Prinzip der Methode:

Königswasser ist eine Mischung aus 1 Teil konz. Salpetersäure 3 Teilen Salzsäure. Sie wirkt stark oxidierend durch die Entstehung von sehr reaktivem (nascierendem) Chlor und Nitrosylchlorid:

$HNO_3 + 2\ HCl \rightarrow NOCl + 2\ H_2O + Cl_2$

$Cl_2 + 2\ e^- \rightarrow 2\ Cl^-$

Dazu kommt die oxidierende Wirkung der Salpetersäure, bei der Nitrat (mit N^V) zu nitrosen Gasen (NO_x, mit N^{II-IV})umgewandelt wird und der dabei abgespaltene Sauerstoff die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen bewirkt:

$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$

Beim Königswasserextrakt werden organische Substanzen nahezu vollständig aufgeschlossen:

$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ Cl \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$

Mineralische Substanzen werden je nach Art und Zusammensetzung ganz (z.B. leicht lösliche Oxide), unvollständig (z. B. Silikate) oder gar nicht (z.B. schwer lösliche Sulfide) aufgeschlossen.

2. Störungen:

Karbonathaltige Bodenproben und manche Humusproben schäumen beim Extrakt stark. Es kann zum Aufsteigen des Schaums und feiner Partikel bis in den Kühler und dadurch zu einer unvollständigen Extraktion kommen. Durch Vorreaktion mit langsamer Säurezugabe und Stehen lassen der angesäuerten Proben über Nacht kann dies weitestgehend verhindert werden.

3. Geräte und Zubehör:

Aufschlussapparatur mit Aufschluss-Gläsern 250 ml und Kühlern sowie Absorptions-aufsätzen
Absaugung für nitrose Gase mit Waschflasche und Pumpe
Umlauf-Kühlgerät für Kühler
Analysenwaage (Wägegenauigkeit +/- 1 mg)
Messkolben Duran 100 ml
PFA-Flaschen oder PE-Flaschen, 100 ml
Glastrichter
Polyamidspatel
Variable Pipette mit 25 ml-Pipettenspitzen
Geeignete Papierfilter

4. Chemikalien:

Salpetersäure HNO_3, 65 % p.a.
Salzsäure HCl, 37 % p.a.

5. Lösungen:

verd. Säure (0,65 %): in eine säuregespülte 1 l-PE-Flasche werden 10 ml HNO_3 konz. gegeben und mit H_2O demin. auf 1 l aufgefüllt

Spülsäure (2,6 %): in einen säuregespülten 5 l Messkolben werden 200 ml HNO_3 konz p.a. gegeben und mit H_2O demin. Auf 5 l aufgefüllt

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 oder A1.3.2 und A1.4.1

Anmerkungen:

1. Im Rahmen des BioSoil-Programms ist der Königswasseraufschluss an der gesiebten Probe durchzuführen!

7. Durchführung:

a.) Durchführung des Extraktes

In die Aufschlussgläser werden jeweils mindestens 1 g analysenfeine Probe mit der Analysenwaage eingewogen und die Gefäße in ein Tragegestell gestellt. Unter dem Abzug werden den Proben vorsichtig jeweils soviel HCl konz. p.a. und HNO_3 konz. p.a. mit der variablen Pipette im Aufschlussgefäß zugesetzt, dass für Bodenproben das Verhältnis 3 g Boden zu 21 ml HCl zu 7 ml HNO_3. und für Humusproben das Verhältnis 1 g Humus zu 15 ml HCl zu 5 ml HNO_3 erreicht wird. Bei stark schäumenden Proben darf die Säure dann nur in sehr kleinen Schritten zugesetzt werden.
Das Tragegestell mit den Aufschlussgefäßen wird in die Aufschlussapparatur gestellt, die Kühler auf die Gefäße und anschließend die mit verd. Salpetersäure gefüllten Absorptionsaufsätze auf die Kühler gesetzt. Über Nacht bleiben die Proben zum Vorreagieren in der kalten Aufschlussapparatur unter dem Abzug stehen.
Am nächsten Morgen wird das Kühlgerät für den Kühlkreislauf der Rückflusskühler (18 °C) angeschaltet und der Aufschlussblock langsam (innerhalb von ca. 1,5 Std.) auf 170 °C hochgeheizt (Siedetemperatur) und 2 Stunden bei dieser Temperatur gehalten (unter Rückfluss und bei Atmosphärendruck).

Während der Extraktion ist darauf zu achten, ob durch starkes Schäumen Schaum und Probenmaterial in den Rückflusskühler steigen. In diesem Fall ist es angebracht, nach Abnehmen des Adsorptionsgefäßes mit etwas verd. Salpetersäure das Material aus dem Kühler zurückzuspülen und die Absorptionsaufsätze wieder aufzusetzen.
Nach Beendigung der Extraktion und dem Abkühlen der Aufschlussgefäße werden die Säuren aus den Adsorptionsgefäßen in die jeweiligen Aufschlussgefäße gekippt, die Aufschlussgefäße in dem Tragegestell aus der Aufschlussapparatur genommen und die Extraktionslösungen in die 100 ml Messkolben überführt. Dazu werden die Messkolben mit Glastrichter und gespülten, mit Pinzette eingelegtem, säuregespültem Filterpapier aufgestellt und die Lösungen der Reihe nach überführt. Die Extraktionslösung und der Rückstand werden aus dem Gefäß vorsichtig in den Filtertrichter gegossen und anschließend mindestens 3 mal mit wenig verd. Salpetersäure nachgespült. Zum Schluss wird der Rückstand im Filter noch einmal mit etwas verd. Salpetersäure gespült. Der Messkolben wird mit der verd. Salpetersäure auf 100 ml aufgefüllt, verschlossen und geschüttelt. Die Extraktionslösung wird danach in eine gespülte PFA- oder PE-Flasche umgefüllt.

Anmerkungen:

1. Wegen der Freisetzung von nitrosen Gasen ist es sinnvoll, mit einer PVC-Absaugvorrichtung, die auf die Absorptionsaufsätze aufgesetzt wird, die Gase mittels einer Pumpe durch eine mit verd. NaOH gefüllte Waschflasche abzusaugen.
2. Wenn möglich sollte die langsame Aufheizung des Aufschlussblockes durch ein Temperatur-Programm gesteuert sein und die Endtemperatur von 170 °C geprüft werden (Gefahr von Minderbefunden bei Unterschreitung).
3. Reinigung der verwendeten Gefäße und Filter:
   Aufschluss-Gläser:
   Nach jeder Extraktion innerhalb der Serie werden die Aufschluss-Gläser (250 ml) mit heißem Wasser gründlich gespült und dabei mechanisch mit einer Bürste und etwas Spülmittel gereinigt, um festgebackte Silikatrückstände möglichst zu entfernen. Danach werden die Gefäße in der Spülmaschine mit heißem demin. Wasser gereinigt und anschließend mit Spülsäure bis zur Oberkante gefüllt und mind. 1 Std. stehengelassen. Zum Schluss wird die Spülsäure ausgekippt und die Gefäße gründlich mit demin. Wasser ausgespült. Im Trockenschrank werden die Gefäße bei 105 °C getrocknet.
   Rückflusskühler:
   Die Rückflusskühler werden im Aufschlussgestell durch Untersetzen einer Spülwanne mit einer Spritzflasche (oder über einen Schlauch vom Wasserhahn der Reinstwasseranlage) von oben zuerst mit demin. Wasser, dann mit Spülsäure und anschließend wieder mit demin. Wasser durchgespült.
   Absorptionsaufsätze:
   Die Absorptionsaufsätze werden mit einer Spritzflasche zuerst mit Wasser, dann mit Spülsäure und anschließend mit demin. Wasser durchgespült.
   Messkolben:
   Die 100 ml-Messkolben und die Glastrichter werden in der Spülmaschine mit H_2O demin. vorgespült und anschließend mit Spülsäure gefüllt bzw. abgespült. Nach dem Abspülen mit demin. Wasser werden sie auf dem Abtropfgestell getrocknet.
   Variopette:
   Die Variopette zum Dosieren der konz. HNO_3 und HCl muss sofort nach der täglichen Benutzung mit H_2O demin. gründlich gespült werden, um Korrosion von Bauteilen zu verhindern. Die Pipettenspitzen dürfen nicht länger als 1 Serie verwendet werden.
   Papierfilter:
   25 Filter werden zuerst gefaltet und in eine Nutsche gelegt. Sie werden zuerst mit Spülsäure 2,6 % durch Abnutschen gespült und anschließend mit 2 l H_2O demin. säurefrei gespült.
   PFA/PE-Flaschen:
   Die PFA-Flaschen bzw. PE-Flaschen werden mit 2,6 %-Spülsäure vorgespült.

b.) Bestimmung der Elementgehalte in der Extraktionslösung

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	1.1.6
As	3.1.6
Ba	4.1.6
Pb	6.1.6
Cd	9.1.6
Ca	11.1.6
Cr	14.1.6
Co	15.1.6
Fe	17.1.6
K	30.1.6
Cu	32.1.6
Mg	36.1.6
Mn	37.1.6
Mo	38.1.6
Na	39.1.6
Ni	42.1.6
P	44.1.6
Hg	47.1.6
S	54.1.6
Ti	64.1.6
Zn	73.1.6
Zr	75.1.6

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepasste Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Gesamtaufschluss mit HF/HNO_3, HFA-Methode A3.3.1: Untersuchungen im Rahmen von Ringanalysen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik haben ergeben, dass mit dem Königswasser-Extrakt im Vergleich zum Totalaufschluss bei Humusproben außer Na, K, Mg und Al alle weiteren Nährelemente und die meisten Schwermetalle nahezu zu 100 % erfasst werden (König u. Wolff 1993). Bei Mineralböden konnten Hornburg u. Lüer (1999 und 2002) für die Elemente

As, Ca, Fe, Mg, Ni, P, Pb und S hohe und für Cd, Co, Cu, Hg, Mn und Zn zum Teil sehr hohe Extraktionsausbeuten im Vergleich zum Totalaufschluss finden. Die umfangreichsten Vergleichsuntersuchungen zwischen den beiden Aufschlüssen haben Utermann u.a. (2000) bezüglich extrahierbarer Schwermetalle durchgeführt. Sie kommen auf Grund von Regressionsanalysen zu dem Ergebnis, dass je nach Boden- und Gesteinsart unterschiedliche Umrechnungsfunktionen verwendet werden müssen, um vom Königswasser-extrahierbaren Anteil auf den Gesamtgehalt schließen zu können.

9. Literatur:

1. DIN ISO 11466, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN ISO 11466, Bodenbeschaffenheit - Extraktion in Königswasser löslicher Spurenelemente
2. Hornburg, Volker (2002): Vergleich von Methoden zur Bestimmung des Gesamtgehalts von Haupt und Spurenelementen in Böden; Bericht im Rahmen des Untersuchungsvorhabens „Schwermetalle in Mineralbodenproben aus dem BZE-Projekt; Geologischer Dienst NRW, 2002, 116 Seiten (Download: http://www.gd.nrw.de//a_pjarch.htm#boden)
3. Hornburg, und Lüer, B. (1999): Vergleich zwischen Total- und königswasser-extrahierbaren Elementgehalten in natürlichen Böden, J. Pant Nutr. Soil Sci.,162, 131-137
4. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethoden OAKW1.1 Boden und Humus
5. König u. Wolff (1993): Abschlußbericht über die Ergebnisse und Konsequenzen der im Rahmen der bundesweiten BZE durchgeführten Ringanalysen; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 33
6. Sulcek u. Povondra (1989): Methods of Decomposition in Inorganic Analysis, Boca Raton
7. Utermann, J., Düwel, O., Gäbler, H.-E., Hindel, R. (2000): Beziehung zwischen Totalgehalten und Königswasser extrahierbaren Gehalten von Schwermetallen in Böden. - Rosenkranz/Einsele/Harreß (Hrsg) BoS 32. Lfg. XI/00, Kap. 1600, 36 pp.

Boden Humus	HNO_3-Extrakt unter Druck	Länder (NI)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Der Salpetersäure-Extrakt ist ein oxidierender Extrakt, bei dem Nitrat (mit N^{V}) zu nitrosen Gasen (NO_x, mit N^{II-IV}) umgewandelt wird und der dabei abgespaltene Sauerstoff die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen bewirkt:

$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$

Organische Substanzen werden vollständig aufgeschlossen:

$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ O_2 \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$

Mineralische Substanzen werden je nach Art und Zusammensetzung teilweise ganz (z.B. leicht lösliche Oxide), teilweise jedoch unvollständig (z. B. Silikate) oder gar nicht (z.B. schwer lösliche Sulfide) gelöst. Elemente wie Ca, Cd, Co, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, P, Pb, S oder Zn werden aus Böden zu 80 -100 % mit Salpetersäure extrahiert, während Elemente wie Al, Cr, K, Na, oder Si nur zu 5 – 50 % in die Lösungsphase überführt werden.

Bei Humus-Proben wird der organische Anteil nahezu vollständig, der mineralische Anteil jedoch nur zu den oben angegebenen Anteilen gelöst. Daher ist der Extrakt nur geeignet für die Erfassung der Hauptelemente K, Na, Mg, Ca, Mn, Fe, Al, P, S sowie die Schwermetalle im organischen Material der Probe.

Der Extrakt wird in einem Druckgefäß mit Teflonbecher durchgeführt, weil so mit der leicht flüchtigen Salpetersäure bei 170 bis 190 °C extrahiert werden kann.

2. Störungen:

Ein häufiges Problem sind Kontaminationsprobleme bei allen verwendeten Gefäßen, Geräten und Filtern, die dann zu überhöhten Werten führen. Diese Störungen können durch die Verwendung anderer Gefäße und Geräte sowie durch Spülen mit sauren Spüllösungen behoben werden.

3. Geräte und Zubehör:

Druckaufschlußblöcke mit Teflonbechern
Trockenschrank
Waage
Meßkolben
PE-Flaschen
Glastrichter
Keramikspatel
Keramikpinzette
Variopette mit 6 ml Pipettenspitzen
Geeignete Papierfilter

4. Chemikalien:
Salpetersäure (HNO_3), 65 % p.a.

5. Lösungen:

Spülsäure:	in einen säuregespülten 5 l Meßkolben werden 200 ml konz. HNO_3 (p.a.) gegeben und mit H_2O demin. aufgefüllt.
Spülsäure p.a. plus:	in einem säuregespülten 5 l Meßkolben werden 200 ml HNO_3 konz. p.a. plus mit H_2O demin. reinst aufgefüllt.
Spülsäure 5 % p.a. plus:	80 ml konz. HNO_3 p.a. plus werden mit einem Meßzylinder abgemessen und in einem 1 l-Becherglas mit H_2O demin. reinst auf 1 l aufgefüllt und in eine 2 l-PE-Flasche mit Dispensetten-Aufsatz überführt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1

7. Durchführung:
a.) Durchführung des Extraktes
In die Teflonbecher werden jeweils ca. 500 mg Bodenprobe bzw. 100 mg Humusprobe mit der Analysenwaage eingewogen. Unter dem Abzug werden jeweils 2 ml HNO_3 konz. p.a. mit der Pipette vorsichtig an der Teflonbecherwand den Bodenproben zugesetzt.
Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Danach werden die Teflon-Deckel aufgelegt, die Teflonbecher in den Aufschlußblock gesetzt und der Aufschlussblock verschraubt. Anschließend wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und langsam (innerhalb 1 Stunde) auf 170-175 °C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 6 Stunden gehalten und so die Proben (über Nacht) aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen läßt man die Aufschlussblöcke abkühlen und öffnet sie unter einem Abzug. Die Teflondeckel werden beim Abheben vom Becher etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann.
Zur Überführung der Extrakte werden 50 ml-Meßkolben aufgestellt, Glastrichter eingesetzt und gespülte Filterpapiere (Schwarzband) mit Pinzette eingelegt. Die Teflondeckel werden mit wenig H_2O demin. über dem Trichter abgespült. Der Extrakt und der Rückstand werden aus den Teflonbechern vorsichtig in den Filtertrichter gegossen und anschließend mindestens 3-mal mit wenig H_2O demin. nachgespült. Zum Schluß wird der Rückstand im Filter noch einmal mit etwas H_2O demin. gespült. Der Meßkolben wird mit H_2O demin. aufgefüllt, verschlossen, umgeschüttelt und der Extrakt anschließend in PFA- oder PE-Flasche umgefüllt.

Anmerkungen:
1. Während der gesamten Extraktionszeit treten nitrose Gase aus dem Aufschlussblock aus. Deshalb muß der Aufschluss-Trockenschrank bzw. die Heizplatte

unter einem Abzug stehen bzw. der Aufschlußschrank mit einer Absaugvorrichtung und Waschflasche mit verd. NaOH versehen sein.

2. Befindet sich in einem Teflonbecher nach dem Extrakt keine Flüssigkeit mehr, so war der Becher nicht richtig verschlossen. Die Probe muß dann wiederholt werden.
3. Reinigung der verwendeten Gefäße und Filter:

   Teflonbecher:

   Vor Beginn einer Extraktionsserie wird zur Reinigung der Teflongefäße ein Blindaufschluß mit allen Gefäßen durchgeführt.

   Nach jedem Extrakt innerhalb der Serie werden die Teflonbecher mit Spülsäure 5 % bis an den Rand gefüllt und die Deckel aufgelegt. Nach einer Stunde werden die Becher entleert, mit H_2O demin. reinst gründlich ausgespült und im Trockenschrank bei 60°C (niemals über 60°C !) mit einem Papier abgedeckt getrocknet.

   Sind Proben wegen eines nicht richtig verschlossenen Bechers im Teflonbecher eingebrannt, so wird der Rückstand mit HNO_3 1-2 Stunden eingeweicht und danach ausgespült. Vor der Wiederverwendung muß ein Blindaufschluß durchgeführt werden!

   Mit der Zeit auftretende weiße Al-Oxid-Ablagerungen an den Metallmänteln der Teflonbecher werden mit einer Kunststoff-Bürste entfernt.

   Meßkolben:

   Die 50 ml-Meßkolben werden in der Spülmaschine mit H_2O demin. gespült und anschließend mit Spülsäure bis zum Rand gefüllt und dann der Stopfen eingesetzt. Erst vor der Benutzung am nächsten Tag wird die Spülsäure ausgekippt und die Kolben mit H_2O demin. säurefrei gespült.

   Trichter:

   Die Glastrichter werden in der Spülmaschine gespült und anschließend in ein großes Becherglas mit Spülsäure gelegt. Erst vor der Benutzung am nächsten Tag werden sie aus dem Säurebad genommen und mit H_2O demin. abgespült. Das Säurebad muß regelmäßig gewechselt werden.

   Szintillationsgefäße (alternativ: PE-Flaschen):

   Die Szintillationsgefäße werden vor der Benutzung in ein Becherglas mit Spülsäure über Nacht eingelegt und am nächsten Tag mit H_2O demin. säurefrei gespült. Dann werden sie im Trockenschrank bei 50 °C mit Papier abgedeckt getrocknet. Nach der Verwendung für das Abfüllen der Aufschlußlösungen werden die Szintillationsgefäße entleert und dann entsorgt.

   Filter:

   Die Papierfilter werden zuerst gefaltet und dann jeweils 50 Stück in eine Nutsche gelegt. Sie werden dann mit 2 l Spülsäure p.a. plus durch Abnutschen gespült und anschließend mit 2 l H_2O demin. säurefrei gespült.

   Übrige Geräte:

   Die Pipette zum Dosieren der konz. HNO_3 muss sofort nach der täglichen Benutzung mit H_2O demin. Gründlich gespült werden, um Korrosion von Bauteilen zu verhindern. Die Pipettenspitzen dürfen nicht länger als eine Serie verwendet werden.

b.) Veraschung der Filter:

Zur Bestimmung der Rückstandsmenge bzw. des SiO_2-Gehalts werden die Filter mit dem Rückstand im Muffelofen verascht. Dazu werden die Filter mit dem Rückstand mit einer Pinzette aus den Trichtern genommen und so in Porzellantiegel gestopft, daß die Filter nicht aus dem Tiegel herausschauen. Die Porzellantiegel werden im Muffelofen zur Veraschung der Filter samt Rückstand 4 Stunden bei 850 °C geglüht.
Nach dem Abkühlen auf ca. 100 °C werden die Tiegel mit einer Tiegelzange in Exsikkatoren gestellt.
Die Rückstandsmenge wird durch Auswiegen an der Analysenwaage wie folgt ermittelt: zunächst wird der Tiegel mit Rückstand mit einer Tiegelzange auf die Waage gestellt und die Waage mit Tara auf Null gestellt. Dann wird der Tiegel heruntergenommen und der Rückstand mit einem Pinsel ausgefegt. Nun wird der Tiegel erneut auf die Waage gestellt. Die Waage zeigt nun mit negativem Vorzeichen das Rückstandsgewicht an, das in erster Näherung dem SiO_2-Gehalt entspricht.

c.) Bestimmung der Elemente in der Extraktionslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.6**
As	**3.1.6**
Ba	**4.1.6**
Pb	**6.1.6**
Cd	**9.1.6**
Ca	**11.1.6**
Cr	**14.1.6**
Co	**15.1.6**
Fe	**17.1.6**
K	**30.1.6**
Cu	**32.1.6**
Mg	**36.1.6**
Mn	**37.1.6**
Mo	**38.1.6**
Na	**39.1.6**
Ni	**42.1.6**
P	**44.1.6**
Hg	**47.1.6**

Element	HFA-Methode Teil D
S	**54.1.6**
Ti	**64.1.6**
Zn	**73.1.6**
Zr	**75.1.6**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Königswasser-Extrakt, Methode A3.3.2: Bei Humusproben liefert der HNO_3-Extrakt bis auf die Elemente Al, K, Mg, Na und Cr ähnliche bis gleiche Ergebnisse. (König u. Wolff, 1993) Bei Bodenproben sind nur die Elemente P, S, Fe, Mn sowie Zn, Pb, Cu, Co und Ni vergleichbar.

b.) Gesamtaufschluss mit HF/HNO_3, Methode A3.3.1: Der HNO_3-Extrakt erfaßt lediglich S und Zn zu 100 % und kann für diese Elemente zur Bestimmung des Gesamtgehalts verwendet werden. Bei Humusproben werden außer Na, K, und Al alle weiteren Nährelemente und die meisten Schwermetalle nahezu zu 100 % erfaßt (König u. Wolff 1993).

9. Literatur:

1. Heinrichs et. al. (1989):Z. Pflanzenernähr. Bodenk. 149, S. 350 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethoden DAN1.1 Boden, DAN1.1 Humus und DAN2.2 Humus
3. König u. Wolff (1993): Abschlußbericht über die Ergebnisse und Konsequenzen der im Rahmen der bundesweiten BZE durchgeführten Ringanalysen; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 33

Boden Humus	Gesamtaufschluss mit HNO_3/$HClO_4$/HF mit Mikrowelle	Länder (SN)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Säuremischung, bestehend aus Salpetersäure (65%), Flußsäure (40%) und Perchlorsäure (70%) ermöglicht den Gesamtaufschluss von Mineralboden- und Humusproben, die unterschiedliche Verhältnisse silikatischer und organischer Bestandteile enthalten können. Der Aufschluss erfolgt unter Mikrowellen-Anregung mit Temperaturkontrolle in ummantelten Druckbehältern aus Fluorpolymer-Kunststoff. Die starke Oxidationswirkung von HNO_3 und $HClO_4$ schließt die organische Substanz in einem Aufschlussschritt vollständig auf (farblose Lösung). Silikate werden durch Flußsäure zerstört. Der Aufschluß eignet sich nicht zum Nachweis von Silizium, da es während des anschließenden Abrauchens zur Entfernung der überschüssigen Flußsäure als Siliziumtetrafluorid mit verflüchtigt wird.

2. Störungen

In Abhängigkeit vom Material der Laborgeräte und Gefäße und der Qualität der Chemikalien kann es zu Kontaminationen bei einigen Elementen kommen. Die Vorreinigung mit verdünnter Salpetersäure verringert Kontaminationen. Gegebenenfalls müssen Voruntersuchungen erfolgen. Der Aufschlussserienblindwert (-Aufschluss ohne Probe) muß in jeder Serie mindestens einmal bestimmt werden. Abweichende Aufschlussbedingungen können zu Minderbefunden führen, weshalb die Wiederfindung der Elemente mit Referenzmaterial regelmäßig zu überprüfen ist.

3. Geräte und Zubehör

Aufschluss-Gerät mit Mikrowellen-Anregung und Aufschlussbehältern (mögliches Gerät siehe Anhang 1)
Heizblockthermostat ohne Rührfunktion mit Temperatur-Steuerung (siehe Anhang 1)
Waage (Genauigkeit +/- 0,0001 g)
Spatel (Keramik)
150 ml Teflon-Becher mit Nase
50 ml PP- oder PFA-Flaschen
Pipette
Spritzflasche

Anmerkungen:

1. Der Gesamtaufschlus läßt sich prinzipiell in jedem für den Laboreinsatz vorgesehenen Druckaufschlussgerät durchführen, hier mit Mikrowellengerät, das über eine Temperaturkontrolle und -steuerung verfügt. Die Aufschlüsse dürfen nur in dafür vorgesehenen druckbeständigen Behältern, in diesem Fall aus Fluorpolymeren mit Ummantelung durchgeführt werden. Über die Eignung der Geräte und Aufschlussbehälter für diesen Aufschluß sind Informationen vom jeweiligen Hersteller einzuholen. Für die jeweilige Untersuchungsmatrix sind Voruntersuchungen zur Vollständigkeit des Aufschlusses, zur Temperaturführung während des Aufschlusses und zur Wiederfindung der interessierenden Elemente erforderlich.

4. Chemikalien:
Salpetersäure (HNO_3), 65 %
Flusssäure (HF), 40 %
Perchlorsäure ($HClO_4$), 70 %
Salzsäure (HCl), 6 M

Anmerkungen:
1. Über die Qualität der verwendeten Chemikalien p.a. oder suprapur entscheidet, ob Haupt- oder Spurenelemente analysiert werden sollen und welche Lösungskonzentrationen in Abhängigkeit von Einwaage und Endvolumen erwartet werden.

5. Lösungen:
---

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden A1.2.1, A1.3.1 und A1.4.1
Die gemahlene Probe muss bei 105 °C getrocknet sein.

7. Durchführung

Sicherheitshinweise:
1. Die Arbeiten müssen in einem für Perchlorsäure und Flusssäure geeigneten Abzug durchgeführt werden!
2. Es sind die einschlägigen Sicherheitshinweise für das Arbeiten mit Flusssäure zu beachten!

a.) Durchführung des Aufschlusses:
1. Aufschluss:
In die Teflonbecher des Aufschlusssystemes werden ca. 200 mg Probe (bei 105 °C getrocknet) gegeben. Dazu werden der Reihe nach zuerst 4 ml 65%ige HNO_3, Danach wieder von vorn beginnend 3 ml 40%ige HF und zum Schluss in gleicher Reihenfolge jeweils 2 ml 70%ige $HClO_4$ gegeben. Nach der Zugabe jeder Säure werden die Becher zur guten Benetzung der Proben leicht geschwenkt. Mit aufgelegtem Deckel bleibt die Mischung nun eine Stunde bei humushaltigen Proben und 15 Minuten bei silikatischem Probenmaterial stehen, damit die Vorreaktion ablaufen kann. Anschließend werden die Behälter entsprechend der Vorschrift (Bedienungsanleitung des Herstellers) verschlossen und in das Aufschlussgerät mit Mikrowellen-Anregung eingesetzt. Das Aufschlussprogramm wird gestartet. Die Proben werden in 3 Schritten insgesamt 30 Minuten bei maximal 200 °C aufgeschlossen. Im Anschluss werden die Aufschlussbehälter 30 Minuten im Gerät abkühlen gelassen (Vorschlag für ein Ablauf-Programm siehe Anhang 1). Die Aufschlussbehälter werden danach unter Beachtung der Sicherheitshinweise und entsprechend den Vorschriften des Geräteherstellers geöffnet.

2. Abrauchschritt

Die Proben werden quantitativ in Abrauchbecher aus Teflon überführt. Dabei sind Behälter und Deckel mit möglichst wenig deionisiertem Wasser sorgfältig abzuspülen. Das Abrauchen erfolgt im Abzug in einem der Gefäßgröße angepaßten Blockthermostat bei 180 °C bis fast zur Trockne. Danach werden mit 0,5 ml 6 N HCl und 5 ml 65%iger HNO_3 aufgenommen und wiederum bei 180 °C bis fast zur Trockne eingedampft. Die Behälter werden nun dem Blockthermostat entnommen, mit 3 Tropfen 6 N HCl, 2 ml 65%iger HNO_3 und 10 ml deionisiertem Wasser versetzt. Bei Erreichen von 90 °C werden die Behälter wieder in den Thermostaten gesetzt und dort 1 Stunde bei dieser Temperatur zum Lösen der Salze erhitzt. Die Abrauchschritte dauern insgesamt etwa 5 Stunden. Die entstandene Lösung muß farblos, klar und rückstandsfrei sein. Sie wird quantitativ in 50 ml Maßkolben überführt und mit deionisiertem Wasser bis zum Eichstrich aufgefüllt. Für den Fall, dass hierbei (tritt z.T. bei Mineralbodenproben auf) ein opaliszierender Niederschlag entsteht, ist der Aufschluss mit geringerer Einwaage (50 oder 100 mg) zu wiederholen. Die Probelösungen werden in PP- oder PFA-Flaschen bei Zimmertemperatur gelagert.

Anmerkungen:

1. Durch elektrostatische Aufladungen kann es beim Einwiegen der Proben in die Teflonbecher zum „Verfliegen“ von Probenteilchen kommen. Das kann durch folgende einzelne oder kombinierte Maßnahmen unterbunden oder vermieden werden: Kleidung aus Baumwolle tragen; antistatischer Fußbodenbelag; Antistatikschuhe; Verwendung von Wägepapier; Waage erden; Teflongefäße mit Antistatik Instrument entladen.
2. Das Absaugsystem muß für Perchlorsäure geeignet sein und über einen Gaswäscher verfügen.
3. Beachtung der Sicherheitsvorschriften und der Bedienungsanleitung der Gerätehersteller.
4. Zusammen mit den Proben sind Referenzmaterial und Vergleichsproben sowie der Blindwert für die Analysenserie mit zu analysieren.
5. Zu starkes Erhitzen („Rösten“ bis zur Trockne) des Abrauchrückstandes sollte vermieden werden, da dadurch Oxide entstehen, die beim Weiterverarbeiten ungelöst bleiben können.
6. Die Aufschlussbehälter werden nach dem Aufschluss auf mögliche Ablagerungen oder Verfärbungen geprüft. Rückstände sind die Folge unvollständiger Aufschlüsse. Durch zu starken probebedingten Druckaufbau oder Verschleiß im Dichtungsbereich zwischen Behälter und Deckel kann es zu einem Abblasen der Aufschlusssäuren kommen. Die Behälter sind zu überprüfen, ggf. zu erneuern und die Ablagerungen mit einem weichen Zellstofftuch und etwas demin. Wasser zu entfernen. Gegebenenfalls empfiehlt sich ein Reinigungsaufschluss mit 65%iger HNO_3.
7. Alle Teile der Aufschlussbehälter werden in verdünnter Salpetersäure gelagert, danach mit demin. Wasser ausgespült und bei 60 °C getrocknet. Sie werden in geschlossenen Behältern bzw. im Aufschlusssystem gelagert.
8. Probenflaschen und Maßkolben werden in verdünnter Salpetersäure mindestens 24 Stunden gelagert, anschließend mit demin. Wasser gespült, in einem nur dafür vorgesehenen Trockenschrank unter Filterpapier getrocknet. Die Probenflaschen werden in Folientüten geschlossen aufbewahrt, die Maßkolben im Schrank gelagert.

b.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.6**
As	**3.1.6**
Ba	**4.1.6**
Pb	**6.1.6**
Cd	**9.1.6**
Ca	**11.1.6**
Cr	**14.1.6**
Co	**15.1.6**
Fe	**17.1.6**
K	**30.1.6**
Cu	**32.1.6**
Mg	**36.1.6**
Mn	**37.1.6**
Mo	**38.1.6**
Na	**39.1.6**
Ni	**42.1.6**
P	**44.1.6**
S	**54.1.6**
Ti	**64.1.6**
Zn	**73.1.6**
Zr	**75.1.6**

Anmerkungen:
1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
a.) Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF, Methode A3.3.1: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar; allerdings kann es nach Erfahrungen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik beim HNO_3/HF/$HClO_4$-Aufschluss zu Minderbefunden bei Chrom insbesondere in Humusproben kommen.

b.) Gesamtaufschluss mit HNO_3/HF mit Mikrowelle, Methode A3.3.2: die Ergebnisse sind grundsätzlich vergleichbar; allerdings kann es nach Erfahrungen des Gutachterausschusses Forstliche Analytik beim HNO_3/HF/$HClO_4$-Aufschluss zu Minderbefunden bei Chrom insbesondere in Humusproben kommen.

9. Literatur:

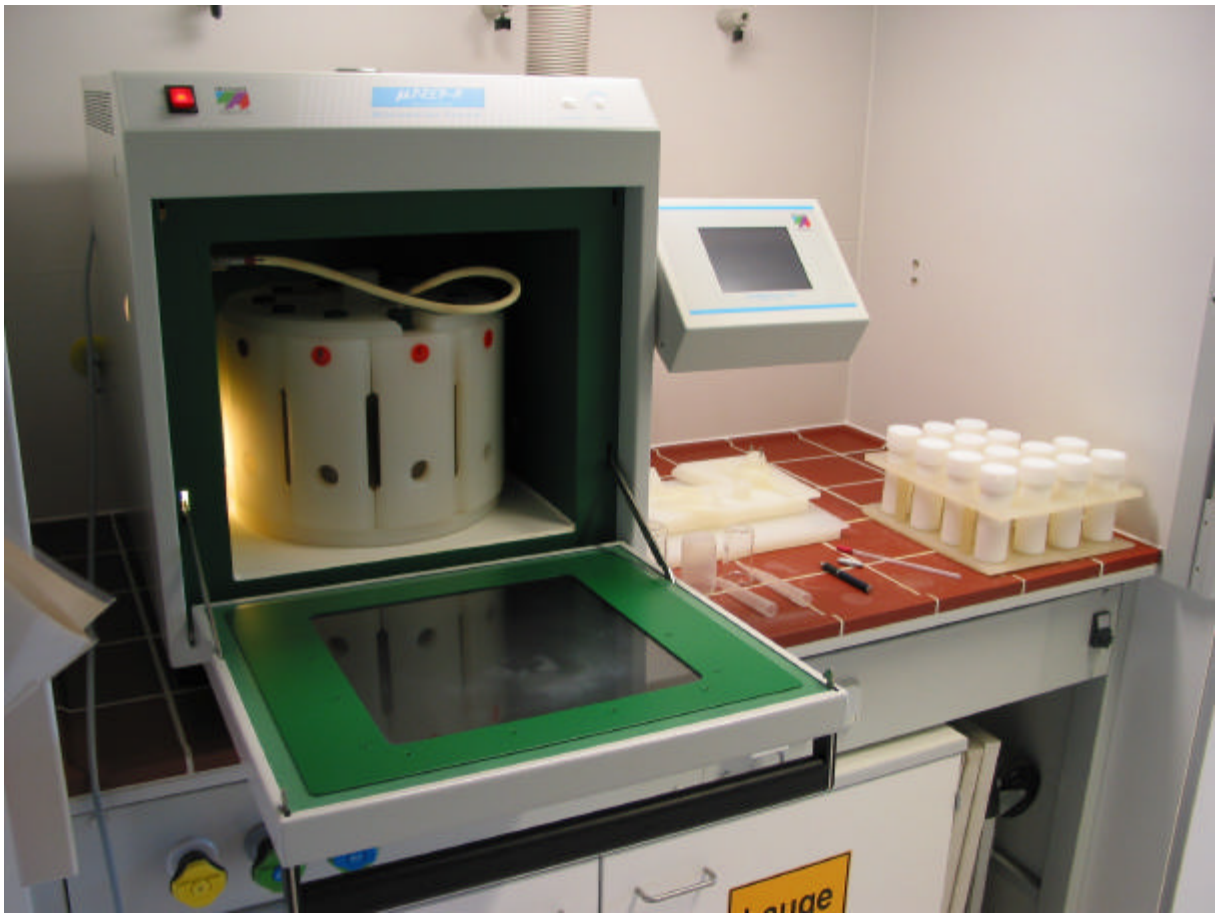
1. Betriebsanleitung für MLS microPREP, Mileston
2. Betriebsanleitung Blockthermostat, H+P
3. Boch, K. (2003): Entwicklung und Optimierung von modernen Probenvorbereitungsmethoden zur Ultraspurenbestimmung umweltrelevanter Elemente mittels Graphitofenatomabsorptionsspektrometrie, Dissertation, Universität München
4. DIN ISO 14869-1, Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): Bodenbeschaffenheit - Aufschlussverfahren zur nachfolgenden Bestimmung von Element-Gesamtgehalten - Teil 1: Aufschluss mit Flusssäure und Perchlorsäure; veröffentlicht in HBU 3.1.3.3a
5. Ilgen, G. und Fiedler, H.J. (1991): Untersuchungen zum Druckaufschluß von Boden- und Gesteinsproben, Chemie der Erde 51; 297-305
6. Kingston, H.M. and Jassie L.B. (1986): Microwave energy for acid decomposition at elevated temperatures and pressures using biological and botanical samples, Anal. Chem., 58, 2534-2541
7. Klinger, Th. (1995): Mengen- und Spurenelemente in Waldböden über unterschiedlichen Grundgesteinen des Osterzgebirges, Dissertation, Technische Universität Dresden
8. Klinger, Th. (1999): Vorschrift für den mikrowellenangeregten Total-Aufschluß von Humus- und Mineralbodenproben ohne Fluoridmaskierung, unveröffentlicht, Institut für Bodenkunde und Standortslehre, TU Dresden
9. Nadkarni, R.A. (1984): Applications of Microwave Oven Sample Dissolution in Analysis, Anal. Chem., 56, 2233-2237
10. Wang, C.F., Chen, W.H., Yang, M.H., Chiang, P.C. (1995): Microwave decomposition for airborne particulate matter for the determination of trace elements by inductivly coupled plasma mass spectrometry, Analyst, Vol. 120, 1681-1686
11. Wieberneith, N. (2001): Einsatz der ICP-Massenspektrometrie zur Multielementbestimmung in biologischen Proben, Dissertation, Universität Hamburg
12. Zunk, B. (1990): Microwave digestion of plant material for trace element determination, Analytica Chimica Acta, Vol. 236, 337-343

ANHANG 1

A. Beispiel für ein mögliches Mikrowellenaufschluss-System und für einen Heizblock zum Abrauchen:

1. Aufschluss-System:

Mikrowellensystem für Laboranwendungen MLSmicroPREP von Milestone
Frequenz: 2,45 GHz; Wellenlänge 12,25 cm; Leistung 1000 Watt
Rotor HPR 1000/10 S; Schutzmantel HS-08/S aus glasfaserverstärktem PEEK, Innenbehälter MPV-100 HAT aus TFM/PTFE-HAT
Parameter für den Routinebetrieb:
50 bar, 120°C, 260°C (Druck, Manteltemperatur, Innentemperatur)



2. Heizblock zum Abrauchen und Lösen:

Blockthermostat Variomag ohne Rührfunktion mit Thermomodul 40 ST von H+P,
5 x 3 Stellplätzen für Becherdurchmesser von 5,5 cm

B. Vorschlag für ein Ablauf-Programm mit dem Mikrowellensystem MLSmicroPREP:

Mikrowellen-Programm:

Schritt	1	2	3	4
Zeit [min]	6	4	20	30
Leistung [W]	1000	1000	800	0
Temperatur [°C]	150	200	200	Kühlung

Pflanze	Inhaltsverzeichnis Teil B	BZE Level I+II Länder

B. Pflanzenuntersuchungen

1. Probenvorbereitung und Lagerung
1.1 Lagerung von Proben vor und nach der Probenvorbereitung
1.1.1 Lagerung von Pflanzenproben vor der Probenvorbereitung
1.1.2 Lagerung von Pflanzenproben nach der Probenvorbereitung
1.2 Trocknung
1.2.1 Trocknung von Pflanzenproben (BZE)
1.2.2 Trocknung von Pflanzenproben (EU)
1.3 Mahlen
1.3.1 Mahlen von Pflanzenproben

2. Bestimmung physikalischer Parameter
2.1 Wassergehalt
2.2 1000-Nadelgewicht
2.3 100-Blattgewicht

3. chemische Untersuchungsmethoden
3.1 Extraktionsverfahren
3.2 Aufschlussverfahren
3.2.1 Druckaufschluss mit HNO_3
3.2.2 Verbrennungsaufschluss nach Schöniger
3.2.3 Gesamtaufschluss mit HNO_3 und HF mit Mikrowelle [L]

Pflanze	Teil B1: Probenvorbereitung und Lagerung	BZE Level I+II Länder

Pflanze	Lagerung von Pflanzenproben vor der Probenvorbereitung	BZE Level I+II

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die frischen Pflanzenproben werden gekühlt gelagert, um Veränderungen des Probenmaterials möglichst gering zu halten.

2. Störungen:

Mikrobielle Prozesse in feuchten Pflanzenproben können zu Veränderungen von Parametern und zu Schimmelbildung führen. Diese Vorgänge können durch Probenkühlung vermindert bzw. unterdrückt werden.

3. Geräte und Zubehör:

Kühlraum, Kühlschrank
Plastikbeutel
Leinenbeutel

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Zweige oder Baumscheiben werden unverpackt mit Beschriftung oder in großen Plastikbeuteln (mit Löchern) von der Probenahme angeliefert und unverändert im Kühlraum, der bei ca. 4 ± 1°C thermostatisiert ist, auf dem Fußboden oder in Regalen gelagert.

Anmerkungen:

1. Feuchte Pflanzenproben sollten möglichst nicht über längere Zeit gelagert werden!

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methode L1.1 Pflanze

Pflanze	Lagerung von Pflanzenproben nach der Probenvorbereitung	BZE Level I+II

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Getrocknete und gemahlene Proben werden in luftdichte Gefäße wie Weithals-Polyethylenflaschen oder Gefrierdosen abgefüllt und gelagert.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Lagerraum
Gefrierdosen
PE-Flaschen

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die getrockneten, gemahlenen Pflanzenproben werden in Gefrierdosen mit Deckel, PE-Weithalsflaschen mit Schraubverschluss oder kleinere Flaschen oder Dosen mit Verschluss abgefüllt, luftdicht verschlossen und die Gefäße gut beschriftet. Die Lagerung erfolgt dann in einem trockenen Probenlager.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methode L3.1 Pflanze

Pflanze	Trocknung von Pflanzenproben (BZE)	BZE
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die zur chemischen Analyse vorgesehenen Pflanzenproben werden in einem Trockenschrank bei der vorgeschriebenen Temperatur von 60 °C getrocknet.

2. Störungen:

Bei Pflanzenproben, die bei höheren Temperaturen als 60 °C getrocknet werden, besteht die Gefahr des Verlustes flüchtiger N-Verbindungen.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank, ggf. Umluft-Trockenschrank
Leinen- oder Plastikbeutel, Papiertüten, Glas- oder Fotoschalen

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

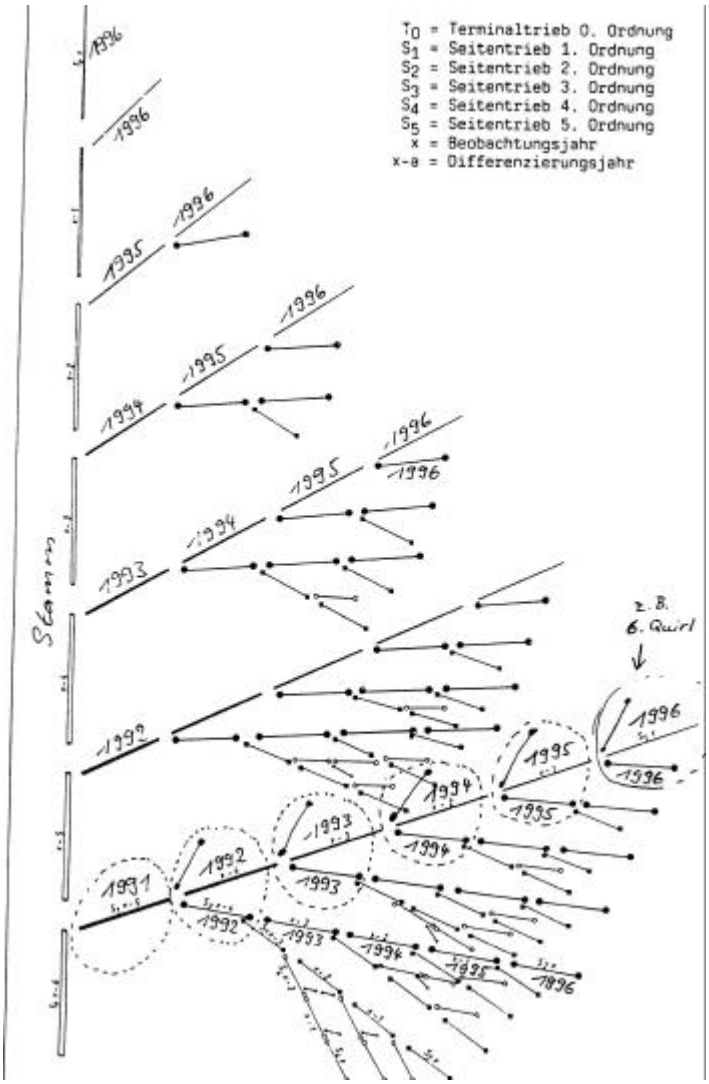
a.) Jahrgangsweises Zerschneiden der Zweige mit Nadelproben vor dem Trocknen

Mit Ausnahme von Lärchennadeln, die grundsätzlich einjährig sind, müssen bei den übrigen Nadelbäumen die einzelnen Nadeljahrgänge getrennt analysiert werden. Je nachdem von welchem Quirl des Baumes der Zweig entnommen wurde, lassen sich unterschiedlich viele Nadeljahrgänge trennen. So lassen sich vom 4. Quirl nur 1- bis 4-jährige Nadeln gewinnen. Vom 7. Quirl lassen sich höchstens 7 Nadeljahrgänge abtrennen (soweit sie überhaupt noch am Zweig vorhanden sind). Bei Fichte, Tanne und Douglasie werden üblicherweise zwischen 3 und 7 Nadeljahrgänge analysiert, bei Kiefer 1 oder 2. Von jedem Probebaum sollten 3 Zweige aus verschiedenen Himmelsrichtungen vorliegen. Die Zweige müssen nach einzelnen Jahrgängen zerschnitten werden. Die Bestimmung der Jahrgänge erfolgt am besten von der Zweigunterseite. Meist sind zwischen den Nadeljahrgängen noch Reste der Knospenschuppen erkennbar, die als sicheres Erkennungsmerkmal dienen. Nicht ausgetriebene Knospen können dazu führen, daß Nadeljahrgänge fehlen. Man sollte für die Analyse nur völlig ausgebildete Zweige verwenden (siehe Abbildung 1), da zweifelhafte Zuordnungen zu Fehlern führen. Der erste Nadeljahrgang ist meist sehr gut erkennbar und beim Zerschneiden eindeutig identifizierbar. Nachdem diese (maximal 1-jährigen) Zweigstücke abgetrennt sind, gibt es keine eindeutige Identifikation mehr; deshalb ist äußerste Sorgfalt bei der Zuordnung anzuwenden.
Es gibt grundsätzlich 2 Möglichkeiten, das Material zu zerschneiden:

- Bei insgesamt geringem Zweigmaterial bietet sich das Zerschneiden des gesamten Materials an.

- Liegt mehr Material vor, kommt bei einer Gesamtprobe für die ersten Nadeljahrgänge zuviel Material zusammen, so daß sich das so genannte Auskämmverfahren anbietet. Hierzu werden an den Seitentrieben erster Ordnung die Seitentriebe höherer Ordnung abgetrennt. An den verbleibenden Trieben werden zusätzlich die jeweils über das entsprechende Differenzierungsjahr hinausgehenden Seitentriebe abgetrennt und verworfen (siehe Abbildung 1). Damit werden nur die eingekreisten Triebstücke für die Analyse verwendet.

Abb.1:



b.) Abschneiden von Blättern vor dem Trocknen:

Mit einer Schere werden im mittleren Teil der Langtriebe durchschnittlich große, unversehrte und nicht verunreinigte Blätter mit Blattstiel vom Ast abgeschnitten und in einen Leinenbeutel o.ä. gegeben.

Anmerkungen:

1. Sollen an den Blattproben später Schwermetalle untersucht werden, sollten nach Möglichkeit Scheren mit Teflonüberzug verwendet werden.

c.) Trocknen der Proben:

Die Pflanzenprobe (Blätter, Zweige mit Nadeln, Zweige, Holz) wird in dem Leinen- oder Kunststoffbeutel oder in der Papiertüte , in dem/der die Probe angeliefert wurde bzw. in den sie nach dem Zerschneiden gelegt wurde, in den Trockenschrank gelegt und mindesten 48 Std. getrocknet. Die Trocknungstemperatur beträgt 60°C.
Nach 2 Tagen wird der Trocknungsgrad des Materials per Hand geprüft. Wenn die Probe trocken ist, wird sie aus dem Trockenschrank genommen.

Anmerkungen:

1. Tüten oder Beutel sollten geöffnet und zusätzlich der Rand heruntergerollt werden, damit die Proben schneller trocknen.
2. Sollen an den Proben später Schwermetalle untersucht werden, dürfen die Proben nicht mit gepuderten Gummihandschuhen angefaßt oder homogenisiert werden (Zn im Puder)!
3. Nadelproben werden am Ast getrocknet. Nach erfolgter Trocknung fallen die Nadeln leicht von den Ästen. Dann werden die Zweigstücke aus dem Beutel genommen und die Nadeln per Hand in ein Gefäß abgestreift. Die bereits im Beutel abgefallenen Nadeln werden dazugeschüttet. Im Gegensatz zu Fichte, Tanne und Douglasie fallen bei der Kiefer die Nadeln beim Trocknungsvorgang in der Regel nicht ab, sondern müssen vom Zweig abgezupft werden. Die Blattscheiden bleiben zwangsläufig an dem Nadelpaar haften und werden mitanalysiert.
4. Bei sehr feuchten Proben ist die Verwendung eines Umluft-Trockenschrankes sinnvoll, um Kondensationsprobleme im Trockenschrank zu umgehen.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Trocknung EU, Methode B1.2.2: Da die Level I+II-Methode eine Trocknung bei 80 °C vorsieht, liefert die Methode ev. etwas andere Ergebnisse.

8. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methode T4.1 Pflanze

Pflanze	Trocknung von Pflanzenproben (EU)	Level I+II

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die zur chemischen Analyse vorgesehenen Pflanzenproben werden in einem Trockenschrank bei der vorgeschriebenen Temperatur von 80 °C getrocknet.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Leinen- oder Plastikbeutel, Papiertüten

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die Pflanzenprobe (Blätter, Zweige mit Nadeln, Zweige, Holz) wird in dem Leinen- oder Kunststoffbeutel oder in der Papiertüte , in dem/der die Probe angeliefert wurde bzw. in den sie nach dem Zerschneiden gelegt wurde, in den Trockenschrank gelegt und mindesten 48 Std. getrocknet. Die Trocknungstemperatur beträgt 80 °C.
Nach 2 Tagen wird der Trocknungsgrad des Materials per Hand geprüft. Wenn die Probe trocken ist, wird sie aus dem Trockenschrank genommen.

Anmerkungen:

1. Tüten oder Beutel sollten geöffnet und zusätzlich der Rand heruntergerollt werden, damit die Proben schneller trocknen.
2. Sollen an den Proben später Schwermetalle untersucht werden, dürfen die Proben nicht mit gepuderten Gummihandschuhen angefaßt oder homogenisiert werden (Zn im Puder)!

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Trocknung BZE, Methode B1.2.1: Da die BZE-Methode eine Trocknung bei 60 °C vorsieht, liefert die Methode ev. etwas andere Ergebnisse.

8. Literatur:

1. BMELF (Hrg.), (1997): Dauerbeobachtungsflächen zur Umweltkontrolle im Wald, Level II, Methodenleitfaden, S. 50 f.

Pflanze	Mahlen von Pflanzenproben	BZE Level I+II
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Eine Teilprobe der getrockneten Pflanzenprobe wird in einer Kugel- oder Zentrifugalmühle gemahlen. Der Mahlvorgang ist so durchzuführen, dass 80 % des Materials < 60 µm gemahlen sind.

2. Störungen:

---

3. Geräte und Zubehör:

Kugelmühle
Scheibenschwingmühle
Achat- oder Zirkonoxidbecher
Achat- oder Zirkonoxidkugeln
Zentrifugalmühle
Ringsieb (0,25 mm)
Schneidmühle mit Wolframcarbidschneiden
Pinsel

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

a.) Mahlen in einer Kugelmühle

In die Mahlbecher einer Kugelmühle werden zunächst die Mahlkugeln (in der Regel 6 Stück der auf die Becher abgestimmten Größe) und dann soviel Material der getrockneten und gesiebten Boden- oder Humusprobe eingefüllt, bis der Becher maximal 2/3 gefüllt ist. Anschließend werden die Becher mit den Dichtungsringen und Deckeln verschlossen, in die Halterungen der Mühle gestellt und mit der Spannvorrichtung befestigt. Die Mühle wird geschlossen und nach Einstellen der Zeitschaltuhr (in der Regel 10 min.) angestellt. Nach Beendigung des Mahlvorgangs und Stillstand der Mühle werden der Deckel der Mühle geöffnet, die Spannvorrichtungen gelöst und die Mahlbecher entnommen. Die Kugeln werden aus den Bechern genommen und das anhaftende Mahlgut mit einem Pinsel abgepinselt. Dann wird das Mahlgut mit Hilfe des Pinsels in ein Probengefäß abgefüllt. Anschließend werden die Becher für den nächsten Mahlvorgang gründlich gereinigt (mittels Pressluft oder durch feuchtes Auswischen und anschließendes Trockenreiben).

Anmerkungen:
1. Achat- und Zirkonoxid-Becher sind für das Mahlen von Proben für die Schwermetallanalyse geeignet, da der SiO_2-Abrieb der Achatbecher und der minimale Abrieb der Zirkonoxidbecher schwermetallfrei sind.
2. Bei der Bestückung der Mühle ist darauf zu achten, daß die gegenüberliegenden Positionen stets mit Bechern gleicher Größe belegt sind, um ausgeglichene Gewichtsverhältnisse zu haben. Ggf. müssen leere Becher eingesetzt werden.
3. Vor Inbetriebnahme der Mühle muß stets geprüft werden, ob alle Becher mit den Spannvorrichtungen richtig befestigt sind.

b.) Mahlen in einer Zentrifugalmühle:

Zuerst wird der Schneidrotor in die Mühle eingesetzt. Danach wird die Edelstahlauffangwanne (Kassette) eingelegt und schließlich das Ringsieb (0,25 mm). Auf den Rotor gesteckt. Dabei muß darauf geachtet werden, daß die Pfeilrichtung auf dem Sieb mit der Pfeilrichtung auf der Mühle übereinstimmt. Zum Schluß wird der Deckel der Mühle geschlossen und verriegelt, die gewünschte Drehzahl eingestellt und die Mühle gestartet.
Nach Erreichen der Endgeschwindigkeit des Rotors kann die Pflanzenprobe langsam in den Einfülltrichter gegeben werden. Nach Beendigung des Mahlvorganges (leiseres, gleichmäßiges Laufgeräusch der Mühle) wird die Mühle durch Drücken der STOP-Taste zum Stillstand gebracht. Nach völligem Stillstand der Mühle wird der Deckel geöffnet und die Probe mit einem Pinsel vom Sieb und vom Rotor in die Auffangschale gebürstet. Die Probe wird in Weithals-Polyethylenflaschen abgefüllt.

Anmerkungen:
1. Bei normalem Probenmaterial sollte die Drehzahl auf etwa 14.000 U/min, bei sehr leicht zu zerkleinerndem Material auf 18.000 U/min eingestellt werden.
2. Beim Einfüllen der Probe muss ständig die Ladungskontroll-Anzeige beobachtet werden. Diese darf maximal im gelben Bereich, nie im roten Bereich sein, da die Mühle und damit das Mahlgut sonst überhitzt. Durch Überhitzung des Mahlgutes kann es zu Stickstoffverlusten in der Probe kommen.
3. Sollen die Proben später auf Schwermetalle untersucht werden, muss ein Titanrotor und –Sieb verwendet werden.
4. Deckel, Auffangschale, Sieb und Rotor können zur Reinigung mit Preßluft ausgeblasen werden. Sollten Probenreste wie z.B. Harz am Sieb oder Rotor kleben, diese mit heißem Wasser, Aceton oder im Ultraschallbad reinigen.
5. Gras und Blätter sollten vor dem Mahlen etwas zerdrückt und kleine Zweige zerschnitten oder zerbrochen werden.

c.) Mahlen in einer Schneidmühle:

Eine Schneidmühle kann nur verwendet werden, wenn sie mit Metallabrieb-freien Schneidwerkzeugen (z.B. Wolframcarbid) ausgerüstet ist.

d.) Mahlen in einer Scheibenschwingmühle:

Bei Verwendung einer Scheibenschwingmühle, die vor allem für Streuproben, Blätter und Nadeln geeignet ist, sind Tests zur Mahldauer nötig, um sowohl eine ausrei-

chende Feinmahlung als auch eine Vermeidung von Probenüberhitzung sicherzustellen.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Methoden MBP1.1 Pflanze, MBP2.1 Pflanze, MBP3.1 Pflanze, MP2.1 Pflanze, MP3.1 Pflanze

Pflanze	Teil B2: Bestimmung physikalischer Parameter	BZE Level I+II Länder

Pflanze	Wassergehalt	BZE Level I+II
Norm: in Anlehnung an DIN ISO 11465	**HBU: in Anlehnung 5.1.3.1.a**	

1. Prinzip der Methode:

Der Wassergehalt wird durch Trocknen der bei 60 °C vorgetrockneten Probe bei 105 °C und Wiegen der Probe vor und nach der Trocknung bestimmt.
Mit dem Umrechnungsfaktor UF, der aus dem so ermittelten Wassergehalt (%) berechnet wird, können Elementgehalte von vorgetrockneten Proben auf absolut trockene Proben umgerechnet werden.

2. Störungen:

Die organische Substanz kann bei 105 °C teilweise zerstört werden und als CO_2 bzw. H_2O entweichen. Leichtflüchtige Substanzen können ebenfalls entweichen. Diese Verluste werden dann als Wasser berechnet.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Exsikkator mit Trocknungsmittel
Wägedosen, Wägeschälchen
Waage , Wägegenauigkeit 0,001 g

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden B1.2.1 (bei BZE-Proben) bzw. B1.2.2 (bei Level I+II-Proben) und B1.3.1

7. Durchführung:

Die Durchführung erfolgt in Anlehnung an die DIN ISO 11465.

a.) Wassergehaltsbestimmung:

Ein Aliquot der bei 60 °C vorgetrockneten Pflanzenprobe wird in eine Wägedose oder ein Wägeschälchen eingewogen und im Trockenschrank bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet:

- Die Waage auf Null tarieren. Die geschlossene Wägedose auf die Waage stellen und das Gewicht (GB) *leerer Becher* notieren.
- Den Deckel der Wägedose abnehmen und die Waage auf Null tarieren. In die Wägedose ca. 1 g der bei 60 °C getrockneten Probe auf 0,001 g genau einwiegen. Das Gewicht (GPF) *Probe feucht* notieren. Anschließend die Wägedose verschließen. Die Proben in den geöffneten Wägedosen (Deckel schräg auf den

Dosen, so daß Wasser entweichen kann) bei 105 °C mindestens 5 Stunden in den Trockenschrank stellen.
- Die heißen Wägedosen mit dem Deckel verschließen, verschlossen in den Exsikkator stellen und auf Raumtemperatur abkühlen lassen.
- Die Waage auf Null tarieren und nach dem Abkühlen die verschlossenen Wägedosen auf 0,001 g genau auswiegen. Das Gewicht (GPT + GB*) trockene Probe u. Becher* notieren.

Die Differenz zwischen vorgetrockneter und absolut trockener Probe bezogen auf absolut trockene Probe ergibt den Wassergehalt.

$$WG = \frac{GPF - ((GPT + GB) - GB)}{(GPT + GB) - GB} * 100 = \frac{GPF - GPT}{GPT} * 100$$

WG = Wassergehalt (%), GPF = Gewicht Probe feucht (g), GPT = Gewicht Probe trocken (g), GB = Gewicht Becher (g)

Anmerkungen:
1. Bei Proben, bei denen weniger als 3 g Material vorhanden ist, wird nur 0,5 g der Probe für die Wassergehaltsbestimmung eingewogen. Bei Proben, von denen weniger als 1 g Material vorhanden ist, wird keine Wassergehaltsbestimmung durchgeführt.

b.) Ermittlung des Umrechnungsfaktors UF für absolut trockene Proben

Elementgehalte von Boden- oder Humusproben werden stets bezogen auf absolut trockene Proben (105 °C) angegeben. Da die Elementgehaltsbestimmung stets an vorgetrockneten Proben (60 °C bzw. 80 °C bei HFA-Methode B1.2.2) erfolgt, müssen die so bestimmten Gehalte mit dem Umrechnungsfaktor UF multipliziert werden, um die Elementgehalte bezogen auf absolut trockene Proben zu erhalten.
Der Umrechnungsfaktor UF wird wie folgt ermittelt wird:

$$UF = \frac{100}{100 - WG}$$

UF = Umrechnungsfaktor, WG = Wassergehalt (%)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1997): Dauerbeobachtungsflächen zur Umweltkontrolle im Wald, Level II, Methodenleitfaden; Bonn
2. Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Forsten (Hrg.) (1994): Bundesweite Bodenzustandserhebung im Wald (BZE), Arbeitsanleitung; Bonn
3. DIN ISO 11465: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der Trockensubstanz und des Wassergehalts auf Grundlage der Masse - Gravimetrisches Verfahren (ISO 11465:1993); Ausgabe:1996-12

Pflanze	1000-Nadelgewicht	BZE
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:
Das 1.000-Nadelgewicht ist ein Maß für das mittlere Trockengewicht der Nadel eines Baumes. Um dieses zu bestimmen, wird das Gewicht einer repräsentativen Anzahl von bei 105 °C getrockneten Nadeln bestimmt und auf das Gewicht von 1.000 Nadeln hochgerechnet.

2. Störungen:
Die organische Substanz kann bei 105 °C teilweise zerstört werden und als CO_2 bzw. H_2O entweichen. Leichtflüchtige Substanzen können ebenfalls entweichen.

3. Geräte und Zubehör:
Trockenschrank
Bechergläser 50 ml, hohe Form
Oberschalige Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,01 g
Exsikkator mit Silikagel

4. Chemikalien:
---

5. Lösungen:
---

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methode B1.2.1

7. Durchführung:

a) Wiegen der Nadeln:
Es werden 3x100 (bei Materialknappheit mindestens 50) der bei 60 °C vorgetrockneten (siehe B1.2.1) Fichtennadeln bzw. 3x50 (bei Materialknappheit mindestens 30) der bei 60 °C vorgetrockneten (siehe B1.2.1) Kiefernnadel-Paare in ein Becherglas gezählt. Das Becherglas mit den Nadeln wird dann bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz (ca. 12 Stunden) im Trockenschrank getrocknet.
Zum Abkühlen auf Raumtemperatur wird das Becherglas in einen mit Silikagel gefüllten Exsikkator gestellt, der mit Deckel verschlossen wird.
Nach dem Abkühlen werden die Bechergläser mit den getrockneten Nadeln auf 0,01 g genau ausgewogen, anschließend die Nadeln aus dem Glas entfernt und dann das leere Becherglas gewogen.

Anmerkungen:

1. Für das Zählen kann es hilfreich sein, ein weißes DIN-A4 Blatt durch Linien so aufzuteilen, das 2 Reihen a 5 Feldern entstehen. Dann werden in jedes Feld 10 Nadeln gezählt. Dies wird 3 mal wieder holt, so dass 300 Nadeln abgezählt sind.
2. Bei Kiefernnadeln muss darauf geachtet werden, dass Nadelpaare als 2 Nadeln gezählt werden.

b.) Berechnung des 1.000-Nadelgewichts:

$$NG_{1000} = G_{Nadeln} * 1.000/Anzahl$$

Mit NG_{1000} = 1.000-Nadelgewicht (g), G_{Nadeln} = Gewicht der getrockneten Nadeln (g)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

4. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode NGW1.1 Pflanze

Pflanze	100-Blattgewicht	BZE
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Das 100-Blattgewicht ist ein Maß für das mittlere Trockengewicht des Blattes eines Baumes. Um dieses zu bestimmen, wird das Gewicht einer definierten Anzahl getrockneten Blättern bestimmt und auf das Gewicht von 100 Blättern umgerechnet.

2. Störungen:

Die organische Substanz kann bei 105 °C teilweise zerstört werden und als CO_2 bzw. H_2O entweichen. Leichtflüchtige Substanzen können ebenfalls entweichen.

3. Geräte und Zubehör:

Trockenschrank
Bechergläser 50 ml, hohe Form
Oberschalige Waage, Wägegenauigkeit +/- 0,01 g
Exsikkator mit Silicagel

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

----

7. Durchführung:

a) Wiegen der Blätter:

Es werden 300 (bei Materialknappheit mindestens 50) der feuchten (feldfrischen) Blätter in ein Becherglas gezählt. Das Becherglas mit den Blättern wird dann bei 105 °C bis zur Gewichtskonstanz (ca. 24-48 Stunden) im Trockenschrank getrocknet. Zum Abkühlen auf Raumtemperatur wird das Becherglas in einen mit Silicagel gefüllten Exsikkator gestellt, der mit Deckel verschlossen wird.
Nach dem Abkühlen werden die Bechergläser mit den getrockneten Blättern auf 0,01 g genau ausgewogen, anschließend die Blätter aus dem Glas entfernt und dann das leere Becherglas gewogen.

b.) Berechnung des 100-Blattgewichts:

$$BG_{100} = G_{Blätter} * 100/Anzahl$$

mit BG_{100} = 100-Blattgewicht (g), $G_{Blätter}$ = Gewicht der getrockneten Blätter (g)

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode BGW1.1 Pflanze

Pflanze	Teil B3: chemische Untersuchungsmethoden	BZE Level I+II Länder

Pflanze	Extraktionsverfahren	BZE Level I+II Länder

Pflanze	Aufschlussverfahren	BZE Level I+II Länder

Pflanze	Druckaufschluss mit HNO_3	BZE Level I+II
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Der Salpetersäure-Aufschluss ist ein oxidierender Aufschluss, bei dem Nitrat (mit N^{V}) zu nitrosen Gasen (NO_X, mit N^{II-IV}) umgewandelt wird und der dabei abgespaltene Sauerstoff die Oxidation der aufzuschließenden Substanzen bewirkt:

$2\ HNO_3 \leftrightarrow 2\ HNO_2 + O_2$

Organische Substanzen werden vollständig aufgeschlossen:

$C_aH_bN_cO_dS_eP_fM_g + z\ O_2 \rightarrow a\ CO_2 + b/2\ H_2O + c\ NO_x + e\ SO_4^{2-} + f\ PO_4^{3-} + g\ M^{+/2+/3+}$

Für Pflanzenproben (Blätter, Nadeln, Holz) ist der Aufschluss für alle wichtigen Haupt- und Spurenelemente dann vollständig, wenn das pflanzliche Material silikatfrei ist. Bei silikathaltigen Proben kann es zu Minderbefunden insbesondere bei Al, Fe und K kommen.
Der Aufschluss wird in einem Druckgefäß mit Teflonbecher durchgeführt, weil so mit der leicht flüchtigen Salpetersäure bei 170 bis 180 °C aufgeschlossen werden kann.

2. Störungen:

Ein häufiges Problem sind Kontaminationsprobleme bei allen verwendeten Gefäßen, Geräten und Filtern, die dann zu überhöhten Werten führen (insbesondere bei Cu und anderen Schwermetallen). Diese Störungen können durch die Verwendung anderer Gefäße und Geräte sowie durch Spülen mit sauren Spüllösungen behoben werden.

3. Geräte und Zubehör:

Druckaufschlussblöcke mit Teflonbechern
Trockenschrank
Waage
Meßkolben
Szintillationsgefäße/PE-Flaschen
Glastrichter
Keramikspatel
Keramikpinzette
Pipette mit Pipettenspitzen
Schwarzband-Filter
Porzellantiegel
Tiegelzange

4. Chemikalien:
Salpetersäure (HNO_3), 65 % p.a. plus

5. Lösungen:

Spülsäure:	In einen säuregespülten 5 l Messkolben werden 200 ml konz HNO_3 (p.a.) gegeben und mit H_2O demin. aufgefüllt.
Spülsäure p.a. plus:	In einem säuregespülten 5 l Messkolben werden 200 ml HNO_3 konz. p.a. plus mit H_2O demin. reinst aufgefüllt.
Spülsäure 5 % p.a. plus:	80 ml konz. HNO_3 p.a. plus werden mit einem Messzylinder abgemessen und in einem 1 l-Becherglas mit H_2O demin. reinst auf 1 l aufgefüllt und in eine 2 l-PE-Flasche mit Dispensetten-Aufsatz überführt.

6. Probenvorbereitung:
HFA-Methoden B1.2.1 bzw. B1.2.2 und B1.3.1

7. Durchführung:
a.) Durchführung des Aufschlusses
In die Teflonbecher werden jeweils ca. 100 mg Pflanzenprobe mit der Analysenwaage eingewogen. Unter dem Abzug werden jeweils 2 ml HNO_3 konz. p.a. mit der Pipette vorsichtig an der Teflonbecherwand den Bodenproben zugesetzt.
Die Teflonbecher werden einzeln vorsichtig mit der Hand umgeschwenkt, damit die Probe vollständig mit der Säure benetzt wird. Danach werden die Teflon-Deckel aufgelegt, die Teflonbecher in den Aufschlussblock gesetzt und der Aufschlussblock verschraubt. Anschließend wird der Aufschlussblock in den Trockenschrank oder auf die Heizplatte gesetzt und langsam (innerhalb 1 Stunde) auf 170-175 °C aufgeheizt. Diese Temperatur wird dann mindestens 6 Stunden gehalten und so die Proben (über Nacht) aufgeschlossen.
Am nächsten Morgen läßt man die Aufschlussblöcke abkühlen und öffnet sie unter einem Abzug. Die Teflondeckel werden beim Abheben vom Becher etwas schräg gehalten, wobei mit dem Rand des Deckels mehrmals leicht auf den Tiegel geklopft wird, damit am Deckel haftendes Säurekondensat in den Tiegel tropfen kann.
Zur Überführung der Aufschlusslösungen werden 50 ml-Messkolben aufgestellt, Glastrichter eingesetzt und gespülte Filterpapiere (Schwarzband) mit Pinzette eingelegt. Die Teflondeckel werden mit wenig H_2O demin. über dem Trichter abgespült. Die Aufschlusslösung und der Rückstand werden aus den Teflonbechern vorsichtig in den Filtertrichter gegossen und anschließend mindestens 3 mal mit wenig H_2O demin. nachgespült. Zum Schluss wird der Rückstand im Filter noch einmal mit etwas H_2O demin. gespült. Der Messkolben wird mit H_2O demin. aufgefüllt, verschlossen und umgeschüttelt und die Aufschlußlösung anschließend in ein Szintillationsgefäß oder eine PE-Flasche umgefüllt.

Anmerkungen:
1. Während der gesamten Aufschlusszeit treten nitrose Gase aus dem Aufschlussblock aus. Deshalb muss der Aufschluss-Trockenschrank bzw. die Heizplatte unter einem Abzug stehen bzw. der Aufschlussschrank mit einer Absaugvorrichtung und Waschflasche mit verd. NaOH versehen sein.

2. Befindet sich in einem Teflonbecher nach dem Aufschluss keine Flüssigkeit mehr, so war der Becher nicht richtig verschlossen. Die Probe muss dann wiederholt werden.
3. Sollen Na oder B in der Aufschlusslösung bestimmt werden, müssen Kunststoff- oder Quarzgefäße verwendet werden.
4. Reinigung der verwendeten Gefäße und Filter:

   Teflonbecher:

   Vor Beginn einer Aufschlussserie wird zur Reinigung der Teflongefäße ein Blindaufschluss mit allen Gefäßen durchgeführt.

   Nach jedem Aufschluss innerhalb der Serie werden die Teflonbecher mit Spülsäure 5 % bis an den Rand gefüllt und die Deckel aufgelegt. Nach einer Stunde werden die Becher entleert, mit H_2O demin. reinst gründlich ausgespült und im Trockenschrank bei 60°C (niemals über 60°C !) mit einem Papier abgedeckt getrocknet.

   Sind Proben wegen eines nicht richtig verschlossenen Bechers im Teflonbecher eingebrannt, so wird der Rückstand mit HNO_3 1-2 Stunden eingeweicht und danach ausgespült. Vor der Wiederverwendung muß ein Blindaufschluss durchgeführt werden!

   Mit der Zeit auftretende weiße Al-Oxid-Ablagerungen an den Metallmänteln der Teflonbecher werden mit einer Kunststoff-Bürste entfernt.

   Meßkolben:

   Die 50 ml-Meßkolben werden in der Spülmaschine mit H_2O demin. gespült und anschließend mit Spülsäure bis zum Rand gefüllt und dann der Stopfen eingesetzt. Erst vor der Benutzung am nächsten Tag wird die Spülsäure ausgekippt und die Kolben mit H_2O demin. reinst säurefrei gespült.

   Trichter:

   Die Glastrichter werden in der Spülmaschine gespült und anschließend in ein großes Becherglas mit Spülsäure gelegt. Erst vor der Benutzung am nächsten Tag werden sie aus dem Säurebad genommen und mit H_2O demin. reinst abgespült. Das Säurebad muss regelmäßig gewechselt werden.

   Szintillationsgefäße (alternativ: PE-Flaschen):

   Die Szintillationsgefäße werden vor der Benutzung in ein Becherglas mit Spülsäure über Nacht eingelegt und am nächsten Tag mit H_2O demin. reinst säurefrei gespült. Dann werden sie im Trockenschrank bei 50 °C mit Papier abgedeckt getrocknet. Nach der Verwendung für das Abfüllen der Aufschlusslösungen werden die Szintillationsgefäße entleert und dann entsorgt.

   Filter:

   Die Filter (Schwarzband) werden zuerst gefaltet und dann jeweils 50 Stück in eine Nutsche gelegt. Sie werden dann mit 2 l Spülsäure p.a. plus durch Abnutschen gespült und anschließend mit 2 l H_2O demin. reinst säurefrei gespült.

   übrige Geräte:

   Die Pipette zum Dosieren der konz. HNO_3 muss sofort nach der täglichen Benutzung mit H_2O demin. gründlich gespült werden, um Korrosion von Bauteilen zu verhindern. Die Pipettenspitzen dürfen nicht länger als eine Serie verwendet werden.

b.) Veraschung der Filter:

Zur Bestimmung der Rückstandsmenge bzw. des SiO_2-Gehalts werden die Filter mit dem Rückstand im Muffelofen verascht. Dazu werden die Filter mit dem Rückstand mit einer Pinzette aus den Trichtern genommen und so in Porzellantiegel gestopft, daß die Filter nicht aus dem Tiegel herausschauen. Die Porzellantiegel werden im Muffelofen zur Veraschung der Filter samt Rückstand 4 Stunden bei 850 °C geglüht.
Nach dem Abkühlen auf ca. 100 °C werden die Tiegel mit einer Tiegelzange in Exsikkatoren gestellt.
Die Rückstandsmenge wird durch Auswiegen an der Analysenwaage wie folgt ermittelt: zunächst wird der Tiegel mit Rückstand mit einer Tiegelzange auf die Waage gestellt und die Waage mit Tara auf Null gestellt. Dann wird der Tiegel heruntergenommen und der Rückstand mit einem Pinsel ausgefegt. Nun wird der Tiegel erneut auf die Waage gestellt. Die Waage zeigt nun mit negativem Vorzeichen das Rückstandsgewicht an, das in erster Näherung dem SiO_2-Gehalt entspricht.

c.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.6**
B	**7.1.6**
Pb	**6.1.6**
Cd	**9.1.6**
Ca	**11.1.6**
Cr	**14.1.6**
Co	**15.1.6**
Fe	**17.1.6**
K	**30.1.6**
Cu	**32.1.6**
Mg	**36.1.6**
Mn	**37.1.6**
Mo	**38.1.6**
Na	**39.1.6**
Ni	**42.1.6**
P	**44.1.6**
S	**54.1.6**
Zn	**73.1.6**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

9. Literatur:

1. Heinrichs et. al. (1989):Z. Pflanzenernähr. Bodenk. 149, S. 350 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethoden DAN1.1 Pflanze
3. König u. Fortmann (1999): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, 1. Ergänzung: 1. Ergänzung: 1996-1999; Teil 3: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Gerätekurzanleitungen, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 60, Untersuchungsmethode und DAN2.2 Pflanze

Pflanze	Verbrennungsaufschluss nach Schöniger	BZE Level I+II
Norm: in Anlehnung an DIN 51400-3 bzw. DIN EN 14582	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Bei Schöniger-Aufschluss wird die Probe in Sauerstoffatmosphäre verbrannt. Die entstehenden Gase (z.B. Cl_2, SO_2) werden in demineralisiertem Wasser (oder anderen geeigneten Absorptionslösungen) absorbiert. In der Absorptionslösung können dann die Reaktionsprodukte (z.B. Chlorid) bestimmt werden. Es laufen folgende Reaktionen ab:

$$2\ MCl + 1/2\ O_2 \xrightarrow{\text{Verb.Pt-Heizsp.}} M_2O + Cl_2 \uparrow,$$

$$M_2O + 2\ H_2O \rightarrow 2\ MOH + H_2 \uparrow,$$

$$Cl_2 + H_2O \rightarrow 2\ HCl + 1/2\ O_2 \uparrow, \text{ mit}$$

M = z.B. Na^+, K^+, org. Verb.

2. Störungen:

Bei schwer zu verbrennenden Materialien kann es zu Minderbefunden kommen.

3. Geräte und Zubehör:

Kolbenverbrennungsapparatur nach Schöniger
Spezialfilterpapiere Schleicher und Schuell (Best.-Nr. 250218017 / Größe 20x20x40 mm oder 250218018 / Größe 35x35x70 mm) (siehe Anhang 1)
Sauerstoffflasche mit Druckminderer und Schlauch zum Einleiten des Gases in den Erlenmeyerkolben
Erlenmeyerkolben 750 ml mit Schliff (siehe Anhang 1)
Schliffstopfen mit Platinhalterung (siehe Anhang 1)
Szintillationsgefäße
Dispenser 20 ml

4. Chemikalien:

Sauerstoff: O_2 (ein besonderer Reinheitsgrad ist nicht erforderlich).

5. Lösungen:

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methode B1.2.1 bzw. B1.2.2 und B1.3.1

7. Durchführung:

Die Durchführung des Verbrennungsaufschlusses erfolgt in Anlehnung an die DIN 51400-3 bzw. DIN EN 14582.

a.) Einwiegen der Probe in das Filterpapier:
Zunächst wird das Spezialfilterpapier zur Reinigung mit viel H_2O demin. gespült und anschließend in einem Gefäß im Trockenschrank bei ca. 60 °C vollständig getrocknet. Für den Aufschluss wird das Filterpapier wie in Anhang 1, Abb. 2 dargestellt gefaltet. Das so zu einer Tüte gefaltete Papier wird auf die Waage gelegt, die Waage auf Null tariert und dann ca. 40-70 mg der Probe eingewogen. Die Filtertüte wird durch über Eck falten geschlossen und in das Körbchen der Platinhalterung (siehe Anhang 1, Abb. 2) des Schliffstopfens geklemmt. Die "Lunte" des Filterpapiers wird in die Spirale gesteckt. Danach wird der Schliffstopfen auf eine gepolsterte saubere Unterlage gelegt.

b.) Durchführung des Aufschlusses:
In den Erlenmeyerkolben wird mit einer Pipette 20 ml H_2O demin. (oder eine andere Absorptionslösung) geben. Dann wird das Nadelventil der Sauerstoffflasche soweit geöffnet, bis Gas ausströmt. Über einen Schlauch an der Gasflasche, der so tief wie möglich in den Erlenmeyerkolben gehalten wird, wird ca. 10-20 Sekunden Sauerstoff in den Kolben eingeleitet. Danach wird der Kolben sofort mit dem Schliffstopfen verschlossen.

Den Kolben wird verkehrt herum in die Aufschlussapparatur eingesetzt und die Schutzklappe geschlossen. Anschließend wird der Zündknopf solange gedrückt, bis die Heizspirale zu glühen anfängt und die Probe verbrennt.
Nachdem alles vollständig verbrannt ist, kann der Erlenmeyerkolben aus der Apparatur entnommen werden. Der geschlossene Kolben wird unter dem Abzug 3 Minuten lang geschwenkt. Dadurch soll erreicht werden, dass das gesamte Verbrennungsgasgemisch benetzt wird. Erst nach dieser Zeit ist die vollständige Absorption der Gase in der Absorptionsflüssigkeit gewährleistet.
Anschließend wird die im Kolben befindliche Probe in eine PE-Flasche überführt.

Anmerkungen:
1. Der Schöniger-Aufschluss muss unter einem Abzug durchgeführt werden!
2. Die Sauerstoffflasche muss unbedingt mit einer Gasflaschenhalterung am Arbeitstisch befestigt sein!

c.) Bestimmung der Elemente in der Absorptionslösung:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendeten Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Cl	**13.2.4**
S	**54.1.4** **54.2.4**

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
---

9. Literatur:

4. DIN 51400-3: Prüfung von Mineralölen und Brennstoffen - Bestimmung des Schwefelgehaltes (Gesamtschwefel) - Teil 3: Verbrennung nach Schöniger; Thorin-Sulfonazo-III-Titration; Ausgabe: 2001-06
5. DIN EN 14582 (Norm-Entwurf): Charakterisierung von Abfällen - Halogen- und Schwefelgehalt - Sauerstoffverbrennung in geschlossenen Systemen und Bestimmungsmethoden; Deutsche Fassung prEN 14582:2002; Ausgabe:2002-11
6. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltlabors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte des Forschungszentrums Waldökosyst. B, Bd. 49, Untersuchungsmethode ClGES1.1 Pflanze

ANHANG 1

Abb. 1:
Verbrennungskolben nach Schöniger

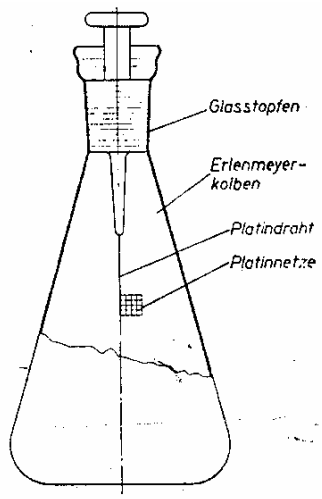


Abb. 2:
Spezialfilterpapier

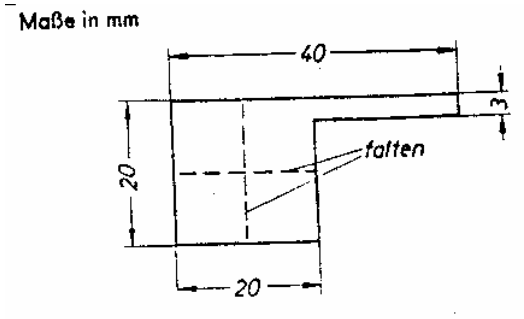
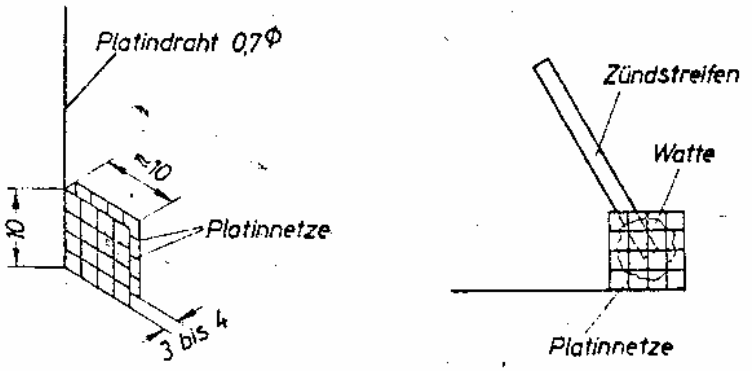


Abb. 3:
Platinnetz



Pflanze	Gesamtaufschluss mit HNO_3 und HF mit Mikrowelle	Länder (SH)

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Mit einem Salpetersäure-Flusssäureaufschluss ist ein vollständiger Aufschluss von Pflanzenproben möglich. Dabei oxidiert Salpetersäure die organischen Bestandteile, wobei das Nitrat zu nitrosen Gasen (NO_x mit $1 \leq x \leq 2$) reduziert wird. Flusssäure vermag Silikate unter Bildung von leicht flüchtigem SiF_4 zu lösen.
Zur Beschleunigung und Vervollständigung des Aufschlusses sowie zur Vermeidung von Kontaminationen wird bei erhöhten Temperaturen (170 – 240°C) in verschlossenen Druckbehältern aus Kunststoff gearbeitet. Überschüssiges HF und H_2SiF_6 werden anschließend abgeraucht.

2. Störungen:

Beim Aufschluss mit HNO_3/HF können sich organische Ablagerungen in Form schwarzer Ränder in den Aufschlußgefäßen bilden. Diese Ablagerungen sind nahezu reiner Kohlenstoff und führen nicht zu einer Verminderung der Elementgehalte. Diese Rückstände lassen sich in der Regel mit Aceton oder ähnlichem entfernen.

3. Geräte und Zubehör:

Mikrowellenofen mit Teflondruckbehältern
Mulitpette oder ähnliches inertes Säuredosiersystem
Wägeschiffchen
Analysenwaage, Wägegenauigkeit mind. +/- 0,1 mg
PFA-Messkolben

4. Chemikalien:

Flußsäure (HF) ,40 % p.a.
Salpetersäure (HNO_3), 70 % suprapur
Aceton p.a.

5. Lösungen

---

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden B1.2.1 und B1.3.1

7. Durchführung:

Sicherheitshinweis:
Es sind die einschlägigen Sicherheitshinweise für das Arbeiten mit Flusssäure zu beachten!

a.) Aufschluss

500 mg einer getrockneten und gemahlenen Pflanzenprobe werden in den Teflon-Druckbehälter eingewogen, mit 9,5 ml Salpetersäure versetzt und durch Schwenken des Behälters mit der Probe vermischt. Danach werden 0,5 ml Flusssäure hinzu gegeben. Die Behälter werden verschlossen und in der Mikrowelle erwärmt. Das Aufschlussprogramm kann je nach Mikrowellenofen unterschiedlich aufgebaut sein. Ein Beispiel für einen Programmablauf ist im Folgenden aufgelistet:

Time 1	10:00	Minuten
Power 1	30%	(300 Watt)
Time 2	1:00	Minuten
Power 2	80%	(800 Watt)
Time 3	2:00	Minuten
Power 3	12%	(120 Watt)
Time 4	3:00	Minuten
Power 4	50 %	(500 Watt)

Nach Beendigung des Aufschlusses und Abkühlen der Druckbehälter wird die Aufschlusslösung in PFA-Messkolben überführt und mit Reinstwasser bis zur Eichmarke aufgefüllt.

b.) Bestimmung der Elemente in der Aufschlusslösung:

In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden Elementbestimmungsmethoden aufgelistet.

Element	HFA-Methode Teil D
Al	**1.1.6**
B	**7.1.6**
Pb	**6.1.6**
Cd	**9.1.6**
Ca	**11.1.6**
Cr	**14.1.6**
Co	**15.1.6**
Fe	**17.1.6**
K	**30.1.6**
Cu	**32.1.6**
Mg	**36.1.6**
Mn	**37.1.6**
Mo	**38.1.6**
Na	**39.1.6**
Ni	**42.1.6**

Element	HFA-Methode Teil D
P	**44.1.6**
S	**54.1.6**
Zn	**73.1.6**

Anmerkungen:

1. Es ist darauf zu achten, dass für das Ansetzen der Standards und als Zwischenspüllösungen am ICP, AAS und bei automatischen Probengebern unbedingt matrixangepaßte Säurelösungen verwendet werden.

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a) HNO_3-Druckaufschluss, Methode B3.2.1: Es werden mit dieser Methode die Gesamtgehalte bestimmt, die für einige Elemente höher sind als die mit dem Druckaufschluss mit HNO_3 erfassten Gehalte, insbesondere bei Al und K.

9. Literatur:

1. Bedienungsanleitungen mega 1200 (1991) und ETHOS plus (2001), Fa. Mirkowellen-Laborsysteme GmbH, Auenweg 37, D-88299 Leutkirch

Wasser	Inhaltsverzeichnis Teil C	BZE Level I+II Länder

C. Wasseruntersuchungen

1. Probenvorbereitung und Lagerung
1.1 Lagerung
1.1.1 Lagerung vor der Probenvorbereitung
1.1.2 Lagerung nach der Probenvorbereitung
1.2 Filtration und Probenvorbereitung
1.2.1 Filtration mit Papierfilter [L]
1.2.2 Filtration mit Membranfilter
1.2.3 Filtration mit Gazefilter [L]

2. chemische Untersuchungsmethoden
2.1 Alkalinität
2.1.1 Titration mit Endpunkt pH 4,3 [L]
2.1.2 Titration mit 2 Endpunkten
2.1.3 Gran-Titration
2.2 Ionenspeziierungen
2.2.1 Al-Speziierung nach Dietze [L]

Wasser	Teil C1: Probenvorbereitung und Lagerung	BZE Level I+II Länder

Wasser	Lagerung vor der Probenvorbereitung	Level II div. Länder
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden in den Sammelgefäßen oder in den Probeflaschen, in denen die Proben auf den Versuchsflächen abgefüllt wurden, im Kühlraum bei ca. 4 °C dunkel gelagert.

2. Störungen:

Pilz-, Algen- und Bakterienwachstum sowie Koagulationsreaktionen von Huminstoffen verursachen Veränderungen der Probenzusammensetzung, die Auswirkungen auf den Kohlenstoff- und Stickstoffgehalt der Probelösungen sowie die Speciesverteilung (z.B. NH_4? NO_3? N_{org}) und die Wasserlöslichkeit dieser Elemente und ihrer anorganischen Komplexliganden haben. Diese Veränderungen können durch Probenkühlung und Dunkellagerung verlangsamt oder unterdrückt werden. Einfrieren von Wasserproben führt zum Abscheiden von Probenkomponenten die nach dem Auftauen nur teilweise wieder auflösbar sind.

3. Geräte und Zubehör:

Kühlraum oder Kühlschrank, auf 4 +/- 1 °C thermostatiert

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die von den Versuchsflächen gelieferten und mit Deckel verschlossenen Proben-Sammelgefäße oder die in beschrifteten Probenflaschen abgefüllten Wasserproben werden in einen Kühlschrank oder geordnet in Kunststoffkisten in einen Kühlraum gebracht und dort bei 4 +/-1 °C gelagert.
Die Lagerdauer ohne Probenvorbehandlung (z.B. Filtration) sollte so kurz wie möglich sein, da die Probenveränderungen in unfiltrierten Proben erheblich größer sind als in filtrierten Proben.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1 UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air

pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12 ff.

2 König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungsmethode Wasser L1.1

Wasser	Lagerung nach der Probenvorbereitung	Level II div. Länder

Norm: --- **HBU: ---**

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden nach der entsprechenden Probenvorbehandlung (z.B. Filtration, Mischen) in den Probeflaschen im Kühlraum bei ca. 4 °C dunkel gelagert.

2. Störungen:

Pilz-, Algen- und Bakterienwachstum sowie Koagulationsreaktionen von Huminstoffen verursachen Veränderungen der Probenzusammensetzung, die Auswirkungen auf den Kohlenstoff- und Stickstoffgehalt der Probelösungen sowie die Speciesverteilung (z.B. NH_4? NO_3? N_{org}) und die Wasserlöslichkeit dieser Elemente und ihrer anorganischen Komplexliganden haben. Diese Veränderungen können durch Filtration, insbesondere Membranfiltration sowie durch Probenkühlung und Dunkellagerung deutlich verlangsamt oder ganz unterdrückt werden. Einfrieren von Wasserproben führt zum Abscheiden von Probenkomponenten die nach dem Auftauen nur teilweise wieder auflösbar sind.

3. Geräte und Zubehör:

Kühlraum oder Kühlschrank, auf 4 +/- 1 °C thermostatiert

4. Chemikalien:

---

5. Lösungen:

---

6. Durchführung:

Die im Labor vorbehandelten Wasserproben werden in den Probeflaschen in einen Kühlschrank oder geordnet in Kunststoffkisten in einen Kühlraum gebracht und dort bei 4 +/-1 °C gelagert.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12 ff.

2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungsmethode Wasser L1.1

Wasser	Filtration mit Papierfilter	Länder (BB, HE, NI, ST)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden durch ein gespültes Papierfilter (Schwarzband) in gespülte Kunststoff-Probeflaschen (HDPE, PFA, PP) filtriert.
Bei Proben, an denen auch Schwermetalle bestimmt werden sollen, ist vor der Filtration eine Ansäuerung der Probe im Sammelgefäß bzw. in der Anlieferungs-probenflasche zur Desorption der Schwermetalle von der Gefäßwand nötig.

2. Störungen:

Manche Filterpapiere geben Kationen wie Na oder Ca ab und müssen deshalb vor der Verwendung gründlich gespült werden.

3. Geräte und Zubehör:

Glastrichter oder Kunststofftrichter
Filtrationsgestell
Schwarzband-Filter (185 mm),
Filternutsche Porzellan
Absaugflasche
Becherglas
PE-, PP- oder PFA-Flaschen
Analysenwaage, Genauigkeit +/- 1 g
Glas-Messzylinder
Schüttler
Pipette mit Pipettenspitzen

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3) konz. p.a.

5. Lösungen:

verd. HNO_3: ein 1 l Messkolben wird etwa zur Hälfte mit H_2O demin. gefüllt, anschließend werden 40 ml konz. HNO_3 zugegeben und dann der Kolben auf 1 l aufgefüllt

6. Durchführung:

6.1. Filtration von Proben, an denen **keine Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Papierfilter: Ca. 50 Schwarzband-Filter werden in eine Porzellannutsche gelegt und mit Hilfe einer Absaugflasche ca. 2 l H_2O demin in kleinen Portionen durch die Filter in der Nutsche gesaugt.

Kunststofftrichter: die Trichter werden mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.
PE- oder PP-Flaschen: die 250 ml-Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

Anmerkung:
1. überschüssige Filter, die anschließend nicht für das Filtrieren verwendet werden, werden im Trockenschrank getrocknet, wieder weggepackt und vor der späteren Verwendung lediglich erneut mit H_2O demin. befeuchtet.

b. Filtrieren der Proben:

Die gespülten Schwarzbandfilter werden feucht gefaltet und in die gespülten Kunststofftrichter gelegt, die dann in ein Filtrationsgestell gehängt werden. Durch die Trichter mit den Filtern werden die Proben in 250 ml PE- oder PP-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:
1. Um das Filterpapier auf die Probenzusammensetzung zu konditionieren, kann ein Teil der Probe vorab durch den Trichter mit Filterpapier in ein Becherglas geschüttet und verworfen werden.
2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss die Probe vor der Filtration in ein gespültes Becherglas umgefüllt und ausgewogen werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem gespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem gespülten Becherglas oder einer gespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend durch den Trichter mit Filterpapier in die Mischprobenflasche filtriert.

6.2. Filtration von Proben, an denen **Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Papierfilter: Ca. 50 Schwarzband-Filter werden in eine Porzellannutsche gelegt und mit Hilfe einer Absaugflasche ca. 1 l verd. HNO_3 in kleinen Portionen durch die Filter in der Nutsche gesaugt. Anschließend werden die Filter mit H_2O demin. säurefrei gespült.
Glastrichter: die Trichter werden in ein Säurebad mit verd. HNO_3 gelegt und anschließend mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.
PE-, PP- oder PFA-Flaschen: die Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült. Anschließend werden die Flaschen mit verd. HNO_3 versetzt und ca. 2 Std. geschüttelt. Danach werden sie mit H_2O demin. säurefrei gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

Anmerkung:
1. Überschüssige Filter, die anschließend nicht für das Filtrieren verwendet werden, werden im Trockenschrank getrocknet, wieder weggepackt und vor der späteren Verwendung erneut gespült.
2. Neu beschaffte PE-Flaschen, die erstmals zum Einsatz kommen, sollten zur Sicherheit einmal mit 5 % HNO_3 gespült werden, da sie auf Grund der Produktionsbedingungen und der verwendeten Weichmacher Spuren von Cu enthalten können!

b. Desorption der Schwermetalle von den Gefäßwänden:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden in den Sammelgefäßen (z.B. Gefrierdosen) oder in den Probeflaschen, in denen die Proben auf den Versuchsflächen abgefüllt wurden, mit HNO_3 konz. im Verhältnis 1:100 versetzt. Dazu wird das Sammelgefäß oder die Probeflasche gewogen, das ungefähre Leergewicht des Gefäßes abgezogen und anschließend mit einer Pipette soviel ml HNO3 konz. zugesetzt, das ein Verhältnis von Probe zu Säure von 100:1 entsteht. Anschließend werden die geschlossenen Sammelgefäße oder Probeflaschen auf einem Schüttler ca. 2 Std. geschüttelt.

Anmerkungen:
1. Die Gewinnung von Depositionsproben für die Schwermetallanalytik sollte mit eigenständigen Probensammlern erfolgen, die es gestatten, Schwermetalle durch Zugabe von Salpetersäure von den Sammleroberflächen zu desorbieren. Zweckmäßigerweise sind die SM-Probensammler so beschaffen, dass eine Entnahme des Sammlers am Ende der Probenahmeperiode im Austausch gegen einen frisch im Labor vorpräparierten (säuregespülten) Probensammler erfolgt. Das SM-Probensammelgefäß der beendeten Probenahmeperiode wird mit dem zugehörigen Deckel verschlossen und zur weiteren Behandlung ins Labor transportiert. Die Mengenerfassung der SM-Proben sollte ohne weiteres Handling der Probensammelgefäße, z.B. durch Differenzwägung erfolgen.
2. Bei Wasserproben, die in den Original-Sammelgefäßen von den Versuchsflächen ins Labor gebracht wurden, können je nach Konstruktion des Sammelgefäßes (z.B. Gefrierdosen) größere Partikel wie Blätter, Nadeln, tote Kleintiere etc. im Gefäß schwimmen. Diese Partikel werden mit einer gespülten Kunststoff- oder Teflon-Pinzette vor dem Desorptionsprozess aus dem Gefäß entfernt.

c. Filtrieren der Proben:

Die gespülten Schwarzbandfilter werden feucht gefaltet und in die gespülten Glastrichter gelegt, die dann in ein Filtrationsgestell gehängt werden. Durch die Trichter mit den Filtern werden die Proben in 50 ml PE-, PP- oder PFA-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:
1. Um das Filterpapier auf die Probenzusammensetzung zu konditionieren, kann ein Teil der Probe vorab durch den Trichter mit Filterpapier in ein Becherglas geschüttet und verworfen werden.

2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss das Sammelgefäß oder die Probeflasche vor der Filtration gewogen werden und nach der Filtration das Leergewicht des Gefäßes oder der Flasche bestimmt werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem säuregespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem säuregespülten Becherglas oder einer säuregespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend durch den Trichter mit Filterpapier in die Mischprobenflasche filtriert.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition, S. 12 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungsmethoden Wasser F1.1, SM1.3, SM2.2

Wasser	Filtration mit Membranfilter	Level II Länder (BB, BY)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden durch einen mit Probe gespülten Membranfilter in gespülte Kunststoff-Probeflaschen (HDPE, PFA, PP) filtriert.
Bei Proben, an denen auch Schwermetalle bestimmt werden sollen, ist vor der Filtration eine Ansäuerung der Probe im Sammelgefäß bzw. in der Anlieferungs-probenflasche zur Desorption der Schwermetalle von der Gefäßwand nötig.

2. Störungen:

Manche Membranfilter geben Kationen ab und müssen deshalb mit Probelösung vorgespült werden.

3. Geräte und Zubehör:

Membranfilter (Cellulosenitrat) 0,45 µm
Filtrationsvorsätze für Spritzen oder Filtrationsapparatur (Bsp. Siehe Anhang 1)
PE-, PP- oder PFA-Flaschen
Analysenwaage, Genauigkeit +/- 1 g
Glas-Messzylinder
Schüttler
Pipette mit Pipettenspitzen

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3) konz. p.a.

5. Lösungen:

verd. HNO_3: ein 1 l Messkolben wird etwa zur Hälfte mit H_2O demin. gefüllt, anschließend werden 40 ml konz. HNO_3 zugegeben und dann der Kolben auf 1 l aufgefüllt

6. Durchführung:

6.1. Filtration von Proben, an denen **keine Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Filtrationsvorsätze für Spritzen: die Bauteile der Fitrationsvorsätze bzw. der Filtrationsapparatur werden mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.
Filtrationsapparatur: Die Einzelteile der Filtrationsapparatur (Bsp. siehe Anhang 1) werden mit H_2O demin. gründlich gespült. Vom Aufsatz und vom Unterteil werden anhängende Wassertropfen abgeschüttelt, das Lochblech (PTFE) wird durch Auflegen auf ein Papiertuch weitestgehend getrocknet.

PE- oder PP-Flaschen: die 250 ml-Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

b. Filtrieren der Proben:

1. Filtration mit Spritzen und zerlegbaren Filtrationsvorsätzen:
Die Membranfilter werden in die gespülten Filtrationsvorsätze eingelegt. Die zu filtrierende Wasserprobe wird mit der Spritze angesaugt, der Filtrationsvorsatz auf die Spritze gesetzt und dann die Probe durch den Filtrationsvorsatz gedrückt und in eine PE- oder PP-Flaschen gespritzt. Die erste Fraktion wird als Spüllösung verworfen. Danach wird sooft bzw. soviel wie nötig Probelösung auf die gleiche Weise filtriert.
2. Filtration mit Spritzen und Einmal-Filtrationsvorsätzen:
Die zu filtrierende Wasserprobe wird mit der Spritze angesaugt, der Einmal-Filtrationsvorsatz auf die Spritze gesetzt und dann die Probe durch den Filtrations-vorsatz gedrückt und in eine PE- oder PP-Flaschen gespritzt. Die erste Fraktion wird als Spüllösung verworfen. Danach wird sooft bzw. soviel wie nötig Probelösung auf die gleiche Weise filtriert.
3. Filtration mit einer Unterdruck-Filtrationsapparatur:
Die gespülte Apparatur wird zusammengebaut (siehe Anhang 1) und dabei ein Membranfilter (0,45 µm) eingelegt. Dann wird die Apparatur auf den Vakuum-Saugtopf, in den eine PE- oder PP-Flasche zum Auffangen der Probe gestellt wurde, aufgesetzt. Beim Eingießen der zu filtrierenden Probe wird der Vakuumhahn des Saugtopfes aufgedreht und die Probe durch den Filter in die Flasche gesaugt.
Anschließend wird der Filtrationsaufsatz (Ober-, Unterteil, Lochbleche, Teflonring) zerlegt und gespült.

Anmerkungen:

1. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss die Probe vor der Filtration in ein gespültes Becherglas umgefüllt und ausgewogen werden.
2. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem gespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem gespülten Becherglas oder einer gespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend mit der Filtrationsspritze oder der Filtrationsapparatur in die Mischprobenflasche filtriert.

6.2. Filtration von Proben, an denen **Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Filtrationsvorsätze für Spritzen: die Bauteile der Fitrationsvorsätze bzw. der Filtrationsapparatur werden in ein Säurebad mit verd. HNO_3 gelegt und anschließend mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.
Filtrationsapparatur: Die Einzelteile der Filtrationsapparatur (Bsp. siehe Anhang 1) werden in ein Säurebad mit verd. HNO_3 gelegt und anschließend mit H_2O demin. gründlich gespült. Vom Aufsatz und vom Unterteil werden anhängende Wasser-

tropfen abgeschüttelt, das Lochblech (PTFE) wird durch Auflegen auf ein Papiertuch weitestgehend getrocknet.
PE-, PP- oder PFA-Flaschen: die Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült. Anschließend werden die Flaschen mit verd. HNO_3 versetzt und ca. 2 Std. geschüttelt. Danach werden sie mit H_2O demin. säurefrei gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

Anmerkung:
1. Neu beschaffte PE-Flaschen, die erstmals zum Einsatz kommen, sollten zur Sicherheit einmal mit mind. 5 % HNO_3 gespült werden, da sie auf Grund der Produktionsbedingungen und der verwendeten Weichmacher Spuren von Cu enthalten können!

b. Desorption der Schwermetalle von den Gefäßwänden:
Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden in den Sammelgefäßen (z.B. Gefrierdosen) oder in den Probeflaschen, in denen die Proben auf den Versuchsflächen abgefüllt wurden, mit HNO_3 konz. im Verhältnis 1:100 versetzt. Dazu wird das Sammelgefäß oder die Probeflasche gewogen, das ungefähre Leergewicht des Gefäßes abgezogen und anschließend mit einer Pipette soviel ml HNO_3 konz. zugesetzt, das ein Verhältnis von Probe zu Säure von 100:1 entsteht. Anschließend werden die geschlossenen Sammelgefäße oder Probeflaschen auf einem Schüttler ca. 2 Std. geschüttelt.

Anmerkungen:
1. Die Gewinnung von Depositionsproben für die Schwermetallanalytik sollte mit eigenständigen Probensammlern erfolgen, die es gestatten, Schwermetalle durch Zugabe von Salpetersäure von den Sammleroberflächen zu desorbieren. Zweckmäßigerweise sind die SM-Probensammler so beschaffen, dass eine Entnahme des Sammlers am Ende der Probenahmeperiode im Austausch gegen einen frisch im Labor vorpräparierten (säuregespülten) Probensammler erfolgt. Das SM-Probensammelgefäß der beendeten Probenahmeperiode wird mit dem zugehörigen Deckel verschlossen und zur weiteren Behandlung ins Labor transportiert. Die Mengenerfassung der SM-Proben sollte ohne weiteres Handling der Probensammelgefäße, z.B. durch Differenzwägung erfolgen.
2. Bei Wasserproben, die in den Original-Sammelgefäßen von den Versuchsflächen ins Labor gebracht wurden, können je nach Konstruktion des Sammelgefäßes (z.B. Gefrierdosen) größere Partikel wie Blätter, Nadeln, tote Kleintiere etc. im Gefäß schwimmen. Diese Partikel werden mit einer gespülten Kunststoff- oder Teflon-Pinzette vor dem Desorptionsprozess aus dem Gefäß entfernt.

c. Filtrieren der Proben:
1. Filtration mit Spritzen und zerlegbaren Filtrationsvorsätzen:
Die Membranfilter werden in die gespülten Filtrationsvorsätze eingelegt. Die zu filtrierende Wasserprobe wird mit der Spritze angesaugt, der Filtrationsvorsatz auf die Spritze gesetzt und dann die Probe durch den Filtrationsvorsatz gedrückt und in eine PE- oder PP-Flaschen gespritzt. Die erste Fraktion wird als Spüllösung verworfen. Danach wird sooft bzw. soviel wie nötig Probelösung auf die gleiche Weise filtriert.

2. Filtration mit Spritzen und Einmal-Filtrationsvorsätzen:
Die zu filtrierende Wasserprobe wird mit der Spritze angesaugt, der Einmal-Filtrationsvorsatz auf die Spritze gesetzt und dann die Probe durch den Filtrations-vorsatz gedrückt und in eine PE- oder PP-Flaschen gespritzt. Die erste Fraktion wird als Spüllösung verworfen. Danach wird sooft bzw. soviel wie nötig Probelösung auf die gleiche Weise filtriert.
3. Filtration mit einer Unterdruck-Filtrationsapparatur:
Die gespülte Apparatur wird zusammengebaut (siehe Anhang 1) und dabei ein Membranfilter (0,45 µm) eingelegt. Dann wird die Apparatur auf den Vakuum-Saugtopf, in den eine PE-, PP- oder PFA-Flasche zum Auffangen der Probe gestellt wurde, aufgesetzt. Beim Eingießen der zu filtrierenden Probe wird der Vakuumhahn des Saugtopfes aufgedreht und die Probe durch den Filter in die Flasche gesaugt.
Anschließend wird der Filtrationsaufsatz (Ober-, Unterteil, Lochbleche, Teflonring) zerlegt und gespült.

Anmerkungen:
1. Beim Verwenden einer Filtrationsapparatur müssen Membranfilter verwendet werden, die vorher auf die Abgabe von Kationen, insbesondere Schwermetallen, geprüft worden sind, da ein Vorspülen der Filter in der Apparatur sehr aufwendig ist.
2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss das Sammelgefäß oder die Probeflasche vor der Filtration gewogen werden und nach der Filtration das Leergewicht des Gefäßes oder der Flasche bestimmt werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem säuregespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem säuregespülten Becherglas oder einer säuregespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend mit der Filtrationsspritze oder der Filtrationsapparatur in die Mischprobenflasche filtriert.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
---

8. Literatur:
1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums

Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungs-methoden Wasser F2.1, SM1.3, SM2.2

Wasser	Filtration mit Filtergaze	Länder (SN)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden durch ein Sieb mit Filtergaze (Nylon) in gespülte Kunststoff-Probeflaschen (HDPE, PFA, PP) filtriert.
Bei Proben, an denen auch Schwermetalle bestimmt werden sollen, ist vor der Filtration eine Ansäuerung der Probe im Sammelgefäß bzw. in der Anlieferungs-probenflasche zur Desorption der Schwermetalle von der Gefäßwand nötig.

2. Störungen:

Vor dem Ersteinsatz sollten neue Filter durch Spülen mit verd. HNO_3 konditioniert werden.

3. Geräte und Zubehör:

Kunststofftrichter oder Glastrichter
Filtrationsgestell
Gazefilter (Teesiebtyp-Nylongewebe),
Absaugflasche
Becherglas
PE-, PP- oder PFA-Flaschen
Analysenwaage, Genauigkeit +/- 1 g
Glas-Messzylinder
Schüttler
Pipette mit Pipettenspitzen

4. Chemikalien:

Salpetersäure (HNO_3) konz. p.a.

5. Lösungen:

verd. HNO_3: ein 1 l Messkolben wird etwa zur Hälfte mit H_2O demin. gefüllt, anschließend werden 40 ml konz. HNO_3 zugegeben und dann der Kolben auf 1 l aufgefüllt.

6. Durchführung:

6.1. Filtration von Proben, an denen **keine Schwermetalle** bestimmt werden sollen

a. Spülen der Filter und Geräte:

Die Gazefilter werden in passende Kunststofftrichter eingelegt. Nach dem Filtrationsvorgang wird der Filter zur Vorbereitung auf die nächste Probe in der Gegenrichtung mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.

Kunststofftrichter: die Trichter werden mit H_2O demin. gespült und anhängende Tropfen abgeschüttelt.
PE- oder PP-Flaschen: die 250 ml-Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

b. Filtrieren der Proben:
Die gespülten Gazefilter werden in die gespülten Kunststofftrichter gelegt, die dann in ein Filtrationsgestell gehängt werden. Durch die Trichter mit den Filtern werden die Proben in 250 ml PE- oder PP-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:
1. Um das Filter auf die Probenzusammensetzung zu konditionieren, kann ein Teil der Probe vorab durch den Trichter mit Filtersieb in ein Becherglas geschüttet und verworfen werden.
2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss die Probe vor der Filtration in ein gespültes Becherglas umgefüllt und ausgewogen werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem gespülten Kunststoff- oder Glas-Messzylinder abgemessen und in einem gespülten Becherglas oder einer gespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend durch den Trichter mit Filtersieb in die Mischprobenflasche filtriert.

6.2. Filtration von Proben, an denen **Schwermetalle** bestimmt werden sollen
a. Spülen der Filter und Geräte:
Die Gazefilter werden in passende Kunststofftrichter eingelegt. Nach dem Filtrationsvorgang wird der Filter zur Vorbereitung auf die nächste Probe in der Gegenrichtung mit verd. HNO_3 in kleinen Portionen und danach mit H_2O demin. säurefrei gespült anhängende Tropfen werden abgeschüttelt.
PE-, PP- oder PFA-Flaschen: die Flaschen werden mit H_2O demin. in der Spülmaschine gespült. Anschließend werden die Flaschen mit verd. HNO_3 versetzt und ca. 2 Std. geschüttelt. Danach werden sie mit H_2O demin. säurefrei gespült und auf dem Trockengestell getrocknet.

Anmerkung:
1. Neu beschaffte PE-Flaschen, die erstmals zum Einsatz kommen, sollten zur Sicherheit einmal mit 5 % HNO_3 gespült werden, da sie auf Grund der Produktionsbedingungen und der verwendeten Weichmacher Spuren von Cu enthalten können!

b. Desorption der Schwermetalle von den Gefäßwänden:
Die Wasserproben (Freilandniederschlag, Kronentraufe, Stammablauf, Oberflächenwasser, Humuslysimeterlösung oder Mineralbodenlysimeterproben) werden in den Sammelgefäßen (z.B. Gefrierdosen) oder in den Probeflaschen, in denen die

Proben auf den Versuchsflächen abgefüllt wurden, mit HNO_3 konz. im Verhältnis 1:100 versetzt. Dazu wird das Sammelgefäß oder die Probeflasche gewogen, das ungefähre Leergewicht des Gefäßes abgezogen und anschließend mit einer Pipette soviel ml HNO_3 konz. zugesetzt, das ein Verhältnis von Probe zu Säure von 100:1 entsteht. Anschließend werden die geschlossenen Sammelgefäße oder Probeflaschen auf einem Schüttler ca. 2 Std. geschüttelt.

Anmerkungen:

1. Die Gewinnung von Depositionsproben für die Schwermetallanalytik sollte mit eigenständigen Probensammlern erfolgen, die es gestatten, Schwermetalle durch Zugabe von Salpetersäure von den Sammleroberflächen zu desorbieren. Zweckmäßigerweise sind die SM-Probensammler so beschaffen, dass eine Entnahme des Sammlers am Ende der Probenahmeperiode im Austausch gegen einen frisch im Labor vorpräparierten (säuregespülten) Probensammler erfolgt. Das SM-Probensammelgefäß der beendeten Probenahmeperiode wird mit dem zugehörigen Deckel verschlossen und zur weiteren Behandlung ins Labor transportiert. Die Mengenerfassung der SM-Proben sollte ohne weiteres Handling der Probensammelgefäße, z.B. durch Differenzwägung erfolgen.
2. Bei Wasserproben, die in den Original-Sammelgefäßen von den Versuchsflächen ins Labor gebracht wurden, können je nach Konstruktion des Sammelgefäßes (z.B. Gefrierdosen) größere Partikel wie Blätter, Nadeln, tote Kleintiere etc. im Gefäß schwimmen. Diese Partikel werden mit einer gespülten Kunststoff- oder Teflon-Pinzette vor dem Desorptionsprozess aus dem Gefäß entfernt.

c. Filtrieren der Proben:

Die gespülten Gazefilter werden in die gespülten Kunststofftrichter gelegt, die dann in ein Filtrationsgestell gehängt werden. Durch die Trichter mit den Filtern werden die Proben in 50 ml PE-, PP- oder PFA-Flaschen filtriert.

Anmerkungen:

1. Um das Filter auf die Probenzusammensetzung zu konditionieren, kann ein Teil der Probe vorab durch den Trichter mit Filtersieb in ein Becherglas geschüttet und verworfen werden.
2. Soll die Wasserprobenmenge bestimmt werden, so muss das Sammelgefäß oder die Probeflasche vor der Filtration gewogen werden und nach der Filtration das Leergewicht des Gefäßes oder der Flasche bestimmt werden.
3. Sollen mehrere Proben anteilig zu einer Mischprobe vereint werden, so kann dies entweder vor dem Filtrieren (Fall a) oder während des Filtrierens (Fall b) geschehen. Im Fall a werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Proben entsprechend dem gewünschten Mischverhältnis mit einem säuregespülten Glas-Messzylinder abgemessen und in einem säuregespülten Becherglas oder einer säuregespülten großen PE-Flasche vereint und danach als Mischprobe filtriert. Im Fall b werden die zu mischenden, mit Desorptionssäure versetzten, unfiltrierten Teilproben entsprechend dem gewünschten Mischungsverhältnis jeweils mit einem mit Probe gespülten Messzylinder anteilig abgemessen und anschließend durch den Trichter mit Filterpapier in die Mischprobenflasche filtriert.

7. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

---

8. Literatur:

1. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part III b (Soil Solution Collection and Analysis), S. 122 ff. und Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 12 ff.
2. König u. Fortmann (1996): Probenvorbereitungs-, Untersuchungs- und Elementbestimmungsmethoden des Umweltanalytik-Labors der Niedersächsischen Forstlichen Versuchsanstalt und des Zentrallabors II des Forschungszentrums Waldökosysteme, Teil 4: Probenvorbereitungs- und Untersuchungsmethoden, Qualitätskontrolle und Datenverarbeitung; Berichte d. Forschungszentrums Waldökosysteme der Univ. Göttingen, Reihe B, Bd. 49, Probenvorbereitungsmethoden Wasser F1.1, SM1.3, SM2.2

Wasser	Teil C2: chemische Untersuchungsmethoden	BZE Level II Länder

Wasser	Alkalinitätsbestimmung mittels Titration mit Endpunkt pH 4,5	Level II

Norm: in Anlehnung an DIN EN ISO 9963-1	HBU: ---

1. Prinzip der Methode:

Die Alkalinität ist die Säureneutralisierungskapazität einer Lösung. Die Gesamtalkalinität A einer Lösung ist die Summe der titrierbaren Basen der Probelösung:

$A = [CO_3^{2-}] + [HCO_3^-] + [OH^-] + [A_{org}^{n-}] - [H^+]$ [mmol c/l]

(A_{org} = organische Säuren)

Die Alkalinität kann auf verschiedene Weisen bestimmt werden:

- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu einem Endpunkt (z.B. pH 4,3 oder 4,5)
- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu zwei Endpunkten (pH 4,5 und 4,2)
- durch Gran-Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration (mind. 4 Endpunkte, i.d.R. pH 4,5 und 4,3 und 4,0 und 3,7)

Da der Äquivalenzpunkt bei pH 5,5 – 5,7 liegt, muss bei der Titration zu einem Endpunkt eine Korrektur für die überschüssige Säure gemacht werden. Diese Korrektur beträgt beim Endpunkt pH 4,5 ca. 29 µeq/l und bei pH 4,3 47 µeq/l.

2. Störungen:

Bei Lagerung der Probe kann die Alkalinität durch mikrobielle und/oder chemische Umsetzungen sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

3. Geräte und Zubehör:

Automatischer Titrator mit Bürette, Dosiereinheit und Probenehmer
oder Handbürette
Probengefässe (z.B. Kunststoffbecher oder Bechergläser), Gesamtvolumen ca. 70 ml für Probenvolumen 20 ml
pH-Glaselektrode
pH-Meter mit Temperaturfühler
Pipette oder Dilutor

4. Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)
Pufferlösungen: pH 4,0 und 7,0
Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig
Salzsäure: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumhydroxid: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumcarbonat: Na_2CO_3 (p.a.)

5. Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1 l Kolben eingewogen und mit H_2O demin. auf 1 l aufgefüllt.

0,01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

0,01 M Na_2CO_3: 1,059 g Na_2CO_3 in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden C1.2.1 und C1.2.2

7. Durchführung:

a.) Vorbereitung der Bürette bzw. des Titrators für die Titration:

1. Handbürette: die Bürette wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt.
2. automatischer Titrator: das Bürettengefäß des Titrators wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt und die automatische Bürette mehrfach mit der Säure gespült, bis keine Luftblasen mehr im Bürettenschlauch und in der Spitze zu sehen sind. Das Steuerprogramm des Titrators und des Probengebers werden entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers auf eine Titration zum Endpunkt 4,5 eingestellt.

Anmerkung:

1. Zur Prüfung der Säure-Konz. der 0,01 M Salzsäure werden 10 ml der 0,01 M Na_2CO_3-Lösung mit einer Pipette in ein Becherglas oder Kunststoff-Probengefäß gegeben und mit der Säure auf pH 4,5 titriert. Der Verbrauch muss bei 20 ml +/- 0,3 ml liegen.

b.) Durchführung der Titration:

1. Handbürette: Es werden 10 - 50 ml der der Probelösung in ein Probegefäß pipettiert und unter die Bürettenspitze gestellt. Die pH-Elektrode mit Temperaturfühler wird mit einem Elektrodenhalter in das Probengefäß gehängt. Nun wird tropfenweise durch Öffnen des Bürettenhahns Säure in das Probengefäß getropft und das Probengefäß dabei zum umrühren geschwenkt. Dabei wird der sich einstellende pH-Wert am pH-Meter beobachtet. Es wird solange titriert, bis der pH-Wert von 4,5 erreicht ist und dann der Säureverbrauch an der Bürette abgelesen.
2. automatischer Titrator: Es werden je 10 - 50 ml der der Probelösungen in die Probengefäße des Probengebers pipettiert und dann die Gefäße in den Probenteller gestellt. Dann wird der Titrator entsprechend den Anweisungen des Geräte-herstellers gestartet. Das Gerät registriert den Säureverbrauch für jede Probe.

Anmerkung:

1. Der Äquivalenzpunkt der HCO_3^- -Ionen wird durch Gleichgewichtsreaktionen von Wasser und Kohlendioxid ($H_2O + CO^2$? $H+ + HCO_3^-$) verzögert erreicht. Titrationen in einer geschlossenen und gerührten Titrationszelle (eventuell mit Inertgasstrom) hilft das Erreichen der Äquivalenzpunkte zu beschleunigen und verbessert die Reproduzierbarkeit.

c.) Bestimmung des pH-Wertes während der Titration:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden pH-Bestimmungsmethoden aufgelistet

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.4**

d. Berechnung der Alkalinität

Die Alkalinität A errechnet sich wie folgt aus dem Säureverbrauch:

$$A\ [\text{mmolc/l}] = \frac{V_s * T * 1000}{P} - 0.029$$

V_s = Verbrauch Säure bis pH 4.5 [ml], P = Probevolumen [ml], T= Titer der Säure [mol/l]

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:

a.) Titration mit 2 Endpunkten, Methode C2.1.2: Wenn die Säure-Korrektur von 0,029 mmol c/l bei der Titration zum Endpunkt pH 4,5 berücksichtigt wird, sind die Ergebnisse identisch.

b.) Gran-Titration, Methode C2.1.3: Wenn die Säure-Korrektur von 0,029 mmol c/l bei der Titration zum Endpunkt pH 4,5 berücksichtigt wird, sind die Ergebnisse identisch.

9. Literatur:

1. Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 9963-1, Ausgabe 1996-02: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Physikalische und Physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C) - Teil 23: Bestimmung der Alkalinität
2. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 18 ff.

Wasser	Alkalinitätbestimmung mittels Titration mit 2 Endpunkten	Level II Länder (BB)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Alkalinität ist die Säureneutralisierungskapazität einer Lösung. Die Gesamtalkalinität A einer Lösung ist die Summe der titrierbaren Basen der Probelösung:

$A = [CO_3^{2-}] + [HCO_3^-] + [OH^-] + [A_{org}^{n-}] - [H^+]$ [mmol c/l]

(A_{org} = organische Säuren)

Die Alkalinität kann auf verschiedene Weisen bestimmt werden:

- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu einem Endpunkt (z.B. pH 4,3 oder 4,5)
- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu zwei Endpunkten (pH 4,5 und 4,2)
- durch Gran-Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration (mind. 4 Endpunkte, i.d.R. pH 4,5 und 4,3 und 4,0 und 3,7)

Da der Äquivalenzpunkt bei pH 5,5 – 5,7 liegt, muss bei der Titration zu einem Endpunkt eine Korrektur für die überschüssige Säure gemacht werden. Diese Korrektur beträgt beim Endpunkt pH 4,5 ca. 29 µeq/l und bei pH 4,3 47 µeq/l.

2. Störungen:

Bei Lagerung der Probe kann die Alkalinität durch mikrobielle und/oder chemische Umsetzungen sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

3. Geräte und Zubehör:

Automatischer Titrator mit Bürette, Dosiereinheit und Probenehmer
oder Handbürette
Probengefässe (z.B. Kunststoffbecher oder Bechergläser), Gesamtvolumen ca. 70 ml für Probenvolumen 20 ml
pH-Glaselektrode
pH-Meter mit Temperaturfühler
Pipette oder Dilutor

4. Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)
Pufferlösungen: pH 4,0 und 7,0
Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig
Salzsäure: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumhydroxid: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumcarbonat: Na_2CO_3 (p.a.)

5. Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1 l Kolben eingewogen und mit H_2O demin. auf 1 l aufgefüllt.

0,01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

0,01 M Na_2CO_3: 1,059 g Na_2CO_3 in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden C1.2.1 und C1.2.2

7. Durchführung:

a.) Vorbereitung der Bürette bzw. des Titrators für die Titration:

1. Handbürette: die Bürette wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt.

2. automatischer Titrator: das Bürettengefäß des Titrators wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt und die automatische Bürette mehrfach mit der Säure gespült, bis keine Luftblasen mehr im Bürettenschlauch und in der Spitze zu sehen sind. Das Steuerprogramm des Titrators und des Probengebers werden entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers auf eine Titration mit 2 Endpunkten (pH 4,5 und 4,2) eingestellt.

Anmerkung:

1. Zur Prüfung der Säure-Konz. der 0,01 M Salzsäure werden 10 ml der 0,01 M Na_2CO_3-Lösung mit einer Pipette in ein Becherglas oder Kunststoff-Probengefäß gegeben und mit der Säure auf pH 4,5 titriert. Der Verbrauch muss bei 20 ml +/- 0,3 ml liegen.

b.) Durchführung der Titration:

1. Handbürette: Es werden 10 - 50 ml der der Probelösung in ein Probengefäß pipettiert und unter die Bürettenspitze gestellt. Die pH-Elektrode mit Temperaturfühler wird mit einem Elektrodenhalter in das Probengefäß gehängt. Nun wird tropfenweise durch Öffnen des Bürettenhahns Säure in das Probengefäß getropft und das Probengefäß dabei zum umrühren geschwenkt. Dabei wird der sich einstellende pH-Wert am pH-Meter beobachtet. Es wird solange titriert, bis der pH-Wert von 4,5 erreicht ist und dann der Säureverbrauch an der Bürette abgelesen. Danach wird die Titration fortgesetzt, bis der pH-Wert 4,2 erreicht ist. Der Säureverbrauch wird an der Bürette abgelesen.

2. automatischer Titrator: Es werden je 10 - 50 ml der der Probelösungen in die Probengefäße des Probengebers pipettiert und dann die Gefäße in den Probenteller gestellt. Dann wird der Titrator entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers gestartet. Das Gerät registriert den Säureverbrauch an den beiden Endpunkten für jede Probe.

Anmerkung:

1. Der Äquivalenzpunkt der HCO_3^- -Ionen wird durch Gleichgewichtsreaktionen von Wasser und Kohlendioxid ($H_2O + CO^2$? $H+ + HCO_3^-$) verzögert erreicht. Titrationen in einer geschlossenen und gerührten Titrationszelle (eventuell mit Inertgas-

strom) hilft das Erreichen der Äquivalenzpunkte zu beschleunigen und verbessert die Reproduzierbarkeit.

c.) Bestimmung des pH-Wertes während der Titration:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden pH-Bestimmungsmethoden aufgelistet:

Element	HFA-Methode Teil D
H	**76.1.4**

d. Berechnung der Alkalinität

Die Alkalinität A errechnet sich wie folgt aus dem Säureverbrauch:

$$A\ [\text{mmolc/l}] = \frac{(2V_{s4,5} - V_{s4,2}) * T * 1000}{P}$$

$V_{s4,5}$ = Verbrauch Säure bis pH 4.5 [ml], $V_{s4,2}$ = Verbrauch Säure bis pH 4.2 [ml], P = Probevolumen [ml], T= Titer der Säure [mol/l]

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
a.) Titration mit 1 Endpunkt, Methode C2.1.1: Wenn die Säure-Korrektur von 0,029 mmol c/l bei der Titration zum Endpunkt pH 4,5 berücksichtigt wird, sind die Ergebnisse identisch.
b.) Gran-Titration, Methode C2.1.3: die Ergebnisse sind identisch.

9. Literatur:
1. Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 9963-1, Ausgabe 1996-02: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Physikalische und Physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C) - Teil 23: Bestimmung der Alkalinität
2. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assesment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 18 ff.

Wasser	Alkalinitätsbestimmung mittels Gran-Titration	Level II Länder (NI)
Norm: ---	**HBU: ---**	

1. Prinzip der Methode:

Die Alkalinität ist die Säureneutralisierungskapazität einer Lösung. Die Gesamtalkalinität A einer Lösung ist die Summe der titrierbaren Basen der Probelösung:

$A = [CO_3^{2-}] + [HCO_3^-] + [OH^-] + [A_{org}^{n-}] - [H^+]$ [mmol c/l]

(A_{org} = organische Säuren)

Die Alkalinität kann auf verschiedene Weisen bestimmt werden:

- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu einem Endpunkt (z.B. pH 4,3 oder 4,5)
- durch Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration zu zwei Endpunkten (pH 4,5 und 4,2)
- durch Gran-Titration der Probelösung mit Säure bekannter Konzentration (mind. 4 Endpunkte, i.d.R. pH 4,5 und 4,3 und 4,0 und 3,7)

Da der Äquivalenzpunkt bei pH 5,5 – 5,7 liegt, muss bei der Titration zu einem Endpunkt eine Korrektur für die überschüssige Säure gemacht werden. Diese Korrektur beträgt beim Endpunkt pH 4,5 ca. 29 µeq/l und bei pH 4,3 47 µeq/l.

2. Störungen:

Bei Lagerung der Probe kann die Alkalinität durch mikrobielle und/oder chemische Umsetzungen sowie durch Aufnahme bzw. Abgabe von Kohlendioxid aus der Umgebungsluft verändert werden. Diese Prozesse werden durch höhere Temperaturen und Licht beschleunigt. Die Temperatur der Probe bei der Messung und die Ionenstärke der Probe haben ebenfalls einen Einfluss auf die Alkalinität.

3. Geräte und Zubehör:

Automatischer Titrator mit Bürette, Dosiereinheit und Probenehmer
oder Handbürette
Probengefässe (z.B. Kunststoffbecher oder Bechergläser), Gesamtvolumen ca. 70 ml für Probenvolumen 20 ml
pH-Einstabmesskette
pH-Meter mit Temperaturfühler
Pipette

4. Chemikalien:

Kaliumchlorid: KCl (p.a.)
Pufferlösungen: pH 4,0 und 7,0
Regenerationslösung für Elektroden HF-haltig
Salzsäure: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumhydroxid: 0,01 M, Titrisolampulle
Natriumcarbonat: Na_2CO_3 (p.a.)

5. Lösungen:

3 M KCl-Lösung: 226,67 g KCl werden in einen 1 l Kolben eingewogen und mit H_2O demin. auf 1 l aufgefüllt.

0,01 M Salzsäure: Die Titrisolampulle in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

0,01 M Na_2CO_3: 1,059 g Na_2CO_3 in einen 1 l Kolben geben und mit H_2O demin. auf 1 l auffüllen.

6. Probenvorbereitung:

HFA-Methoden C1.2.1 und C1.2.2

7. Durchführung:

a.) Vorbereitung der Bürette bzw. des Titrators für die Titration:

1. Handbürette: die Bürette wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt.

2. automatischer Titrator: das Bürettengefäß des Titrators wird mit 0,01 M Salzsäure gefüllt und die automatische Bürette mehrfach mit der Säure gespült, bis keine Luftblasen mehr im Bürettenschlauch und in der Spitze zu sehen sind. Das Steuerprogramm des Titrators und des Probengebers werden entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers auf eine Titration mit 4 Endpunkten (pH 4,5 und 4,2 und 4,0 und 3,7) eingestellt.

Anmerkung:

1. Zur Prüfung der Säure-Konz. der 0,01 M Salzsäure werden 10 ml der 0,01 M Na_2CO_3-Lösung mit einer Pipette in ein Becherglas oder Kunststoff-Probengefäß gegeben und mit der Säure auf pH 4,5 titriert. Der Verbrauch muss bei 20 ml +/- 0,3 ml liegen.

b.) Durchführung der Titration:

1. Handbürette: Es werden 10 - 50 ml der der Probelösung in ein Probengefäß pipettiert und unter die Bürettenspitze gestellt. Die pH-Elektrode mit Temperaturfühler wird mit einem Elektrodenhalter in das Probengefäß gehängt. Nun wird tropfenweise durch Öffnen des Bürettenhahns Säure in das Probengefäß getropft und das Probengefäß dabei zum umrühren geschwenkt. Dabei wird der sich einstellende pH-Wert am pH-Meter beobachtet. Es wird solange titriert, bis der pH-Wert von 4,5 erreicht ist und dann der Säureverbrauch an der Bürette abgelesen. Danach wird die Titration fortgesetzt, bis die pH-Werte 4,3, 4,0 und 3,7 erreicht sind. Der jeweilige Säureverbrauch wird an der Bürette abgelesen.

2. automatischer Titrator: Es werden je 10 - 50 ml der der Probelösungen in die Probengefäße des Probengebers pipettiert und dann die Gefäße in den Probenteller gestellt. Dann wird der Titrator entsprechend den Anweisungen des Geräteherstellers gestartet. Das Gerät registriert den Säureverbrauch an den 4 Endpunkten für jede Probe.

Anmerkung:

1. Der Äquivalenzpunkt der HCO_3^- -Ionen wird durch Gleichgewichtsreaktionen von Wasser und Kohlendioxid ($H_2O + CO^2$? $H+ + HCO_3^-$) verzögert erreicht. Titrationen in einer geschlossenen und gerührten Titrationszelle (eventuell mit Inertgas-

strom) hilft das Erreichen der Äquivalenzpunkte zu beschleunigen und verbessert die Reproduzierbarkeit.

c.) Bestimmung des pH-Wertes während der Titration:
In der folgenden Tabelle sind die zu verwendenden pH-Bestimmungsmethoden aufgelistet:

Element	HFA-Methode Teil D
H	

d. Berechnung der Alkalinität

Die mittels des Titrators ermittelten Säureverbrauchsmengen für die jeweiligen pH-Werte werden wie folgt mit dem Titer der Säure und dem vorgelegten Probenvolumen verrechnet:
Zunächst wird berechnet, wie viel mol Säure (H+) benötigt wird, um in der Probe eine den 4 pH-Werten entsprechende Protonenkonzentration einzustellen:

$$V_n\,[\text{mol}] = \frac{V_s * T}{1000} \qquad n = \text{pH3,7; pH4,0; pH4,3; pH4,5}$$

Dann wird die H+-Konzentration in der Gesamtlösung für die 4 Titrationsstufen - berechnet:

$$H_n\,[\text{mol}] = 10^{-\text{pH}} * \frac{P + V_s}{1000} \qquad n = \text{pH3,7; pH4,0; pH4,3; pH4,5}$$

Die V_n-Werte (X) werden gegen die H_n-Werte (Y) aufgetragen. Für diese vier Punkte wird eine Ausgleichsgerade (Regressionsgerade) und der Korrelationskoeffizient berechnet. Aus der Steigung und dem Achsenabschnitt berechnet sich die Alkalinität nach GRAN wie folgt:

$$A\,[\text{mmolc/l}] = \frac{\text{Achsenabschnitt} * 1000}{\text{Steigung} * \frac{P}{1000}}$$

V_s = Verbrauch Säure bis pH n [ml], P = Probevolumen [ml], T= Titer der Säure [mol/l]

8. Vergleichbarkeit mit anderen Methoden:
a.) Titration mit 1 Endpunkt, Methode C2.1.1: Wenn die Säure-Korrektur von 0,029 mmol c/l bei der Titration zum Endpunkt pH 4,5 berücksichtigt wird, sind die Ergebnisse identisch.
b.) Titration mit 2 Endpunkten, Methode C2.1.2: die Ergebnisse sind identisch.

9. Literatur:

1. Normenausschuss Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 9963-1, Ausgabe 1996-02: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung – Physikalische und Physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C) - Teil 23: Bestimmung der Alkalinität
2. UNECE Convention on Long-range Transboundary Air Pollution, International Cooperative Programme on Assessment and Monitoring of Air Pollution Effects on Forests (ICP Forests) (2003 u. 2004): Manual on methods and criteria for harmonized sampling, assessment, monitoring and analysis of the effects of air pollution on forests, Part VI (Sampling and Analysis of Deposition), S. 18 ff.

Boden Humus Pflanze Wasser	Inhaltsverzeichnis Teil D	BZE Level I+II Länder

D. Elementbestimmungsverfahren

1. Aluminium
1.1. Aluminium, Gesamtgehalt
3. Arsen
3.1. Arsen, Gesamtgehalt
4. Barium
4.1. Barium, Gesamtgehalt
6. Blei
6.1. Blei, Gesamtgehalt
7. Bor
7.1. Bor, Gesamtgehalt
9. Cadmium
9.1. Cadmium, Gesamtgehalt
11. Calcium
11.1. Calcium, Gesamtgehalt
13. Chlor
13.1. Chlor, Gesamtgehalt
13.2. Chlorid
14. Chrom
14.1. Chrom, Gesamtgehalt
15. Cobalt
15.1. Cobalt, Gesamtgehalt
17. Eisen
17.1. Eisen, Gesamtgehalt
20. Fluor
20.2. Fluorid
30. Kalium
30.1. Kalium, Gesamtgehalt
31. Kohlenstoff
31.1. Kohlenstoff, Gesamtgehalt
31.2. organischer Kohlenstoff
31.3. Carbonat
32. Kupfer
32.1. Kupfer, Gesamtgehalt
36. Magnesium
36.1. Magnesium, Gesamtgehalt
37. Mangan
37.1. Mangan, Gesamtgehalt
38. Molybdän
38.1. Molybdän, Gesamtgehalt
39. Natrium

39.1.	Natrium, Gesamtgehalt
42.	**Nickel**
42.1.	Nickel, Gesamtgehalt
44.	**Phosphor**
44.1.	Phosphor, Gesamtgehalt
44.2.	Phosphat
47.	**Quecksilber**
47.1.	Quecksilber, Gesamtgehalt
54.	**Schwefel**
54.1.	Schwefel, Gesamtgehalt
54.2.	Sulfat
57.	**Silizium**
57.1.	Silizium, Gesamtgehalt
57.2	Silikat
58.	**Stickstoff**
58.1.	Stickstoff, Gesamtgehalt
58.2.	organischer Stickstoff
58.3.	Ammonium
58.4.	Nitrat
59.	**Strontium**
59.1.	Strontium, Gesamtgehalt
64.	**Titan**
64.1.	Titan, Gesamtgehalt
73.	**Zink**
73.1.	Zink, Gesamtgehalt
75.	**Zirkonium**
75.1.	Zirkonium, Gesamtgehalt
76.	**Wasserstoff**
76.1.	pH-Wert
77.	**Leitfähigkeit**
77.1.	Leitfähigkeit

Boden Humus Pflanze Boden	Teil D: Vorbemerkungen	BZE Level I+II Länder

1. Hinweise zur Nummerierung der Kapitel und Unterkapitel:

Die Nummerierung der Kapitel des Teils D entspricht der elementbezogen alphabetischen Nummerierung des Kapitels 3.4.1 des Handbuchs der Bodenuntersuchung (HBU) ergänzt um die Kapitel D76 und D77 für pH und Leitfähigkeit.
Die Nummerierung der Unterkapitel bezieht sich auf die chemische Form des jeweiligen Elements, wobei das Unterkapitel 1 jeweils die Bestimmungsverfahren für den Gesamtgehalt des Elements enthält.
Die weitere Unterteilung beschreibt die Bestimmungsverfahren der jeweiligen chemischen Form des Elements in den folgenden 6 Matrices:
1. Boden (Festphase)
2. Humus (Festphase)
3. Pflanze (Festphase)
4. wässrige Lösung
5. Salzextrakt
6. saure Aufschlusslösung

Unter jedem dieser Unterpunkte sind dann die einzelnen möglichen Bestimmungsverfahren für diese Matrix aufgelistet.
In der tabellarischen Auflistung der Verfahren ist in der ersten Spalte der Tabelle jeweils nur die Nummer für die Matrix und die Unternummer für das Bestimmungsverfahren aufgelistet, während die Kapitel- und die Unterkapitelnummer oben links in der Kopfzeile der Tabelle steht. Die vollständige Kapitelnummer setzt sich als aus der Nummer in der Kopfzeile und der in der ersten Tabellenspalte der jeweiligen Methodenzeile zusammen. (Beispiel: Das Alges-Bestimmungsverfahren mittels AAS-Flamme nach DIN EN ISO 12020 in wässriger Lösung hat die Kapitelnummer D1.1.4.1)

2. Hinweise zu den zitierten Normen:

a. <u>DIN-Normen zur Wasserbeschaffenheit:</u>
Die DIN-Normen zur Wasserbeschaffenheit gelten in der Regel für wässrige Lösungen. In manchen Normen wird darauf hingewiesen, dass sie nach entsprechender Matrixanpassung auch für die Messung in Salzextrakten oder Aufschlusslösungen angewandt werden können.
Im HFA, Teil D, wird für die jeweiligen Elemente und Elementverbindungen zwischen Elementbestimmungsverfahren zur Messung in wässrigen Lösungen, Salzextrakten und sauren Aufschlusslösungen unterschieden. Dabei werden Normen zur Wasserbeschaffenheit sowohl für die Messung in wässrigen Lösungen als auch für die Messung in Salzextrakten oder sauren Aufschlusslösungen angegeben, wenn keine Normen vorliegen, die explizit für die Messung in Extrakten bzw. Aufschlüssen entwickelt worden sind. In diesen Fällen ist es unbedingt erforderlich, die Standards an

die Matrix der Extrakte bzw. Aufschlüsse anzupassen und mögliche Störungen durch die Salz- oder Aufschlussmatrix zu berücksichtigen!

b. DIN-Normen zur Bodenbeschaffenheit:
Die DIN-Normen zur Bodenbeschaffenheit gelten in der Regel nur für Bodenproben. Die dort beschriebenen Elementbestimmungsverfahren sind jedoch teilweise auch auf andere Probenarten wie Humus- oder Pflanzenproben anwendbar. In solchen Fällen wird auf die Norm verwiesen, jedoch mit der einschränkenden Formulierung „in Anlehnung an DIN....."

c. Abweichung von der DIN-Norm:
In einer Reihe von Normen werden nur Durchführungsrahmen festgelegt, während für Details eventuell auf Angaben des jeweiligen Geräteherstellers verwiesen wird oder dem Anwender erforderliche Anpassungen an die jeweilige Matrix oder andere Besonderheiten seines Messproblems zugestanden werden. Wenn jedoch in einer Norm explizite Vorgaben zur Messung gemacht werden (z.B. eine Auswahl bestimmter Wellenlängen bei der ICP-Messung), müssen diese für die normengerechte Anwendung des Verfahrens auch eingehalten werden. Aus diesem Grund werden Elementbestimmungsverfahren, die andere Wellenlängen (bei ICP, AAS oder Photometrie), Massen (bei ICP-MS) oder Reagenzien (bei photometrischen Verfahren) als in der Norm angegeben verwenden, als nicht normgerecht eingestuft und deshalb als neue Verfahren ohne Norm-Verweis in dieser Methodensammlung aufgelistet.

3. Hinweise zum Handbuch der Bodenuntersuchung:

Das HFA, Teil D, enthält neben den Normverweisen auch Hinweise auf die Stellen, an denen die jeweilige Methode oder Norm im Handbuch der Bodenuntersuchung (HBU) zu finden ist. Hierbei wird so verfahren, dass das Kapitel des HBU angegeben wird, in dem sich die gedruckte Form der Norm oder Methode tatsächlich befindet und nicht das Kapitel, das nur indirekt über das jeweilige Element auf die Norm oder Methode verweist. Berücksichtigt wurden im HBU veröffentlichte Methoden bis zur 16. Ergänzungslieferung (Juni 2005).

Al_{ges}	Aluminium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D1.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	EN ISO 12020	geeignete Wellenlänge: 309,3; Lachgas-Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer verwenden
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 308,215 (Störung mögl. durch Mn, V, Fe); 396,152 (Störung mögl. durch Mo, Cu); 167,08 (Störung mögl. durch Fe)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 237,312 (Störung möglich durch Mn); 394,401
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 27
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 27
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	EN ISO 12020	geeignete Wellenlänge: 309,3; Lachgas-Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer verwenden
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 308,215 (Störung mögl. durch Mn, V, Fe); 396,152 (Störung mögl. durch Mo, Cu); 167,08 (Störung mögl. durch Fe)
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 394,401
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 27
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 27
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	EN ISO 12020	geeignete Wellenlänge: 309,3; Lachgas-Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer verwenden
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 308,215 (Störung mögl. durch Mn, V, Fe); 396,152 (Störung mögl. durch Mo, Cu); 167,08 (Störung mögl. durch Fe)l
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:226,91; 237,312 (Störung möglich durch Mn); 257,51; 256,798; 266,039; 309,271
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 27
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 27

Literatur:

Nr. D1.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): ISO 12020, Ausgabe: 1997-03: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Aluminium - Atomabsorptionsspektrometrische Verfahren
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5

As_{ges}	Arsen Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D3.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 193,696 (Störung möglich durch Fe, Al); 197,197 (Störung möglich durch Fe, Al); 189,042 (Störung möglich durch Al, Cr, Mo); unbedingt Matrixanpassung der Standards nötig
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 75
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Masse: 75
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 75
.4.5	Wässrige Lsg.	AAS-Hydrid/ Kaltdampf	DIN EN ISO 11969, HBU 3.4.1.3b	geeignete Wellenlänge: 193,7; Vorreduktion von As (V) zu As (III) mit Kaliumjodid-Ascorbinsäure-Lsg.
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 193,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder Ni als Nitrat)
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chlorhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chlorhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Hydrid/ Kaltdampf	DIN EN ISO 11969 HBU 3.4.1.3b	geeignete Wellenlänge: 193,7; Vorreduktion von As (V) zu As (III) mit Kaliumjodid-Ascorbinsäure-Lsg. Hinweis: Nach den Erfahrungen des GAFA neigt die Hydrid-AAS zu niedrigeren Werten!
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 193,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder Ni als Nitrat)
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 193,696 (Störung möglich durch Fe, Al); 197,197 (Störung möglich durch Fe, Al); 189,042 (Störung möglich durch Al, Cr, Mo); unbedingt

				Matrixanpassung der Standards nötig
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen; 193,759 (Störung möglich durch Fe)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chloridhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chlorhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 75 Hinweis: bei chlorhaltiger Matrix muss die ArCl-Störung berücksichtigt werden!

Literatur:

Nr. D3.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.3	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 11969, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Arsen - Atomabsorptionsspektrometrie (Hydridverfahren) (ISO 11969:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11969:1996
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.4
.6.2	• siehe .5.1
.6.3	• siehe .4.1
.6.5	• siehe .4.2
.6.6	• siehe .4.3
.6.7	• siehe .4.5

Ba_{ges}	Barium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D4.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-28	geeignete Wellenlänge: 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz verwenden
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 233,527 (Störung möglich durch Fe, V); 455,403; 493,409; 313,042 (Störung möglich durch V); 234,861 (Störung möglich durch Fe); 313,107;
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 137, 138
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 137, 138
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-28	geeignete Wellenlänge: 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz verwenden
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 233,527 (Störung möglich durch Fe, V); 455,403; 493,409; 313,042 (Störung möglich durch V); 234,861 (Störung möglich durch Fe); 313,107
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 230,425; 234,757; 413,065; 585,368
.5.4	Salzextrakt		DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 137, 138
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-28	geeignete Wellenlänge: 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz verwenden
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 233,527 (Störung möglich durch Fe, V); 455,403; 493,409; 313,042 (Störung möglich durch V); 234,861 (Störung möglich durch Fe); 313,107
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 137, 138
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 137, 138

Literatur:

Nr. D4.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 28: Bestimmung von gelöstem Barium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 28)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.4
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• siehe .4.4

Pb_{ges}	Blei Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D6.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-6, HBU 3.4.1.6b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 220,353 (Störung möglich durch Al, Co, Fe, Ti); 283,306
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier

				(Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.5.2	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-6 HBU 3.4.1.6b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 220,353 (Störung möglich durch Al, Co, Fe, Ti); 283,306
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-6 HBU 3.4.1.6b	geeignete Wellenlängen: 283,3; 217,0 Luft/Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 217,0 Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-6 HBU 3.4.1.6b	geeignete Wellenlänge: 283,3; 217,0 (höhere Empfindl., aber schlechteres S/R-Verhältnis); Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 217,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$)
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 220,353 (Störung möglich durch Al, Co, Fe, Ti); 283,306
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse

				durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!
.6.9	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 206, 207, 208; Hinweis: Wegen der Variationsmöglichkeit der Isotopenverhältnisse wird eine Analyse durch die Messung der Summe von 206Pb+ und 208Pb+ oder der Summe von 206Pb+, 207Pb+ und 208Pb+ empfohlen!

Literatur:

Nr. D6.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN 38406-6, Ausgabe:1998-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 6: Bestimmung von Blei mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 6)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.3
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.6
.6.1	• siehe .4.2
.6.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt -

	Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.3	• siehe .4.1
.6.4	• siehe .4.2
.6.5	• siehe .6.2
.6.6	• siehe .4.3
.6.7	• siehe .4.4
.6.8	• siehe .4.5
.6.9	• siehe .4.6

B_{ges}	Bor Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D7.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 10, 11
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 10, 11
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 249,678 (Störung möglich durch Fe, Cr); 208,959 (Störung möglich durch Al, Mo); 249,773 (Störung möglich durch Fe)
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 10, 11
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 10, 11

Literatur:

Nr. D7.1	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.6.2	• siehe .4.1
.6.3	• siehe .4.2

Br_{Br-}	Brom Bromid	BZE Level I+II

Nr. D8.2	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. 2 HBU 3.4.1.20a u. 20d	

Literatur:

Nr. D8.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit – Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie – Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1: 1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996

Cd_{ges}	Cadmium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D9.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 5961, HBU 3.4.1.9b	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + NH_4NO_3); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 214,438 (Störung möglich durch Fe); 226,502 (Störung möglich durch Fe); 228,802 (Störung möglich durch As, Co, Ni)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 111, 114
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 111, 114
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 111, 114
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 5961, HBU 3.4.1.9b	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + NH_4NO_3); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 111, 114
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 111, 114
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 5961 HBU 3.4.1.9b	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + NH_4NO_3); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$ oder $Mg(NO_3)_2$ +

				$NH_4H_2PO_4$); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 228,8; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$); Modifier unbedingt nötig, da sonst zu niedrige Werte!
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 214,438 (Störung möglich durch Fe); 226,502 (Störung möglich durch Fe); 228,802 (Störung möglich durch As, Co, Ni)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 111, 114 Hinweis: bei der Verwendung von Zirkonoxid-Mahlgeräten in der Probenvorbereitung muss die Störung der Cd-Messung durch die Bildung von ZrO+- bzw. ZrOH+-Molekülionen beachtet werden. Eine zuverlässige Analyse mit Quadrupol-ICP-MS ist dann in der Regel nur bei der Verwendung des 114Cd-Isotops möglich.
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 111, 114 Hinweis: bei der Verwendung von Zirkonoxid-Mahlgeräten in der Probenvorbereitung muss die Störung der Cd-Messung durch die Bildung von ZrO+- bzw. ZrOH+-Molekülionen beachtet werden. Eine zuverlässige Analyse mit Quadrupol-ICP-MS ist dann in der Regel nur bei der Verwendung des 114Cd-Isotops möglich.
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 111, 114

Literatur:

Nr. D9.1	Literatur
.3.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenzanalytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 5961, Ausgabe:1995-05: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium durch Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 5961:1994); Deutsche Fassung EN ISO 5961:1995
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

.4.5	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.4
.5.3	• siehe .4.6
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.4	• siehe .4.3
.6.5	• siehe .4.4
.6.6	• siehe .4.5
.6.7	• siehe .4.6

Ca_{ges}	Calcium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D11.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlängen: 422,7; 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme empfohlen (Luft-/Acetylen-Flamme möglich); Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz not-wendig
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 315,887 (Störung möglich durch Co); 317,933 (Störung möglich durch Fe, V); 393,366
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 318,128; 370,603; 396,847
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 43, 44
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 43, 44, 40 Störungen durch die Polyatomionen CNO (43) u. COO (44) möglich
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlängen: 422,7; 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme empfohlen (Luft-/Acetylen-Flamme möglich); Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz not-wendig
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 315,887 (Störung möglich durch Co); 317,933 (Störung möglich durch Fe, V); 393,366
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 318,128; 422,673
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 43, 44, 40 Störungen durch die Polyatomionen CNO (43) u. COO (44) möglich
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlängen: 422,7; 553,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme empfohlen (Luft-/Acetylen-Flamme möglich); Ionisationspuffer + Befreiungsreagenz not-wendig
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 315,887 (Störung möglich durch Co); 317,933 (Störung möglich durch Fe, V); 393,366
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 318,128; 370,603; 396,847; 422,673; 430,253 (Störung möglich durch Ti); 616,217 (Störung möglich durch Ti)
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 43, 44

.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 43, 44, 40 Störungen durch die Polyatomionen CNO (43) u. COO (44) möglich

Literatur:

Nr. D11.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2000): DIN EN ISO 7980, Ausgabe:2000-07: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Calcium und Magnesium - Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 7980:1986); Deutsche Fassung EN ISO 7980:2000
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5

Cl_{ges}	Chlor Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D13.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
1.1	Boden (Festphase)	RFA		
3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		

Literatur:

Nr. D13.1	Literatur
	•

Cl_{Cl}^-	Chlor Chlorid	BZE Level I+II

Nr. D13.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1, 2 u.-4 HBU 3.4.1.20[a] u. 20d	
.4.2	Wässrige Lsg.	Ionenselektive Direkt-potentiometrie	DIN EN ISO 15682	CFA; Potentiometrie mit Ag/AgCl-Elektrode
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 15682	CFA oder FIA; Spektrophotometrie mit Hg-Thiocyanat bei 480 nm; Hinweis: Störungen bei gefärbten bzw. huminstoffhaltigen Lösungen möglich; vorgeschaltete Dialyse notwendig
.4.4	Wässrige Lsg.	Volumetrie	DIN 38405-1	Titration mit $AgNO_3$ und potentiometrische Indikation
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	Volumetrie	DIN 38405-1	Titration mit $AgNO_3$ und potentiometrische Indikation

Literatur:

Nr. D13.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN EN ISO 10304-4, Ausgabe:1999-07: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 4: Bestimmung von Chlorat, Chlorid und Chlorit in gering belastetem Wasser (ISO 10304-4:1997); Deutsche Fassung EN ISO 10304-4:1999
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): DIN EN ISO 15682, Ausgabe:2002-01: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Chlorid mittels Fließanalyse (CFA und FIA) und photometrischer oder potentiometrischer Detektion (ISO 15682:2000); Deutsche Fassung EN ISO 15682:2001
.4.3	• siehe .4.2
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN 38405-1, Ausgabe:1985-12: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Anionen (Gruppe D); Bestimmung der Chlorid-Ionen
.6.1	• siehe .4.4

Cr_{ges}	Chrom Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D14.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN 1233, HBU 3.4.1.14.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform zulässig) und Matrix-Modifier entsprechend den Empfehlungen d. Geräteherstellers
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 205,552 (Störung möglich durch Fe, Mo); 267,716 (Störung möglich durch Mn, V); 283,563 (Störung möglich durch Fe, Mo); 284,325 (Störung möglich durch Fe)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-sichtigt werden
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-sichtigt werden
.6.1	Saure	AAS-	DIN ISO 11047,	geeignete Wellenlänge: 357,9;

	Aufschl.Lsg.	Flamme	HBU 3.4.1.6a	Luft/Acetylen- oder Lachgas/Acetylen-Flamme Hinweis: bei Luft/Acetylen-Flamme Lanthan-Zusatz erforderlich
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN 1233 HBU 3.4.1.14.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform zulässig) und Matrix-Modifier entsprechend den Empfehlungen des Geräteherstellers
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 357,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 205,552 (Störung möglich durch Fe, Mo); 267,716 (Störung möglich durch Mn, V); 283,563 (Störung möglich durch Fe, Mo); 284,325 (Störung möglich durch Fe)
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-sichtigt werden
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-sichtigt werden
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 52, 53 Hinweis: Die Analyse des 52Cr+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der ArC+-Störung; bei Cl-haltigen Lösungen muss die Störung durch ClOH berück-sichtigt werden

Literatur:

Nr. D14.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN 1233, Ausgabe:1996-08: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Chrom - Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie; Deutsche Fassung EN 1233:1996
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.2
.5.2	• siehe .4.4
.5.3	• siehe .4.6
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.2	• siehe .4.1
.6.3	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .6.1
.6.5	• siehe .4.3
.6.6	• siehe .4.4
.6.7	• siehe .4.5
.6.8	• siehe .4.6

Co_{ges}	Cobalt Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D15.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$)
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-24, HBU 3.4.1.15b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform vorteilhaft) und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 228,616 (Störung möglich durch Ti)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$)
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 240,7; Luft/Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-24, HBU 3.4.1.15b	geeignete Wellenlänge: 240,7; 241,2; Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur und Peak-flächenauswertung verwendet werden!
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-24, HBU 3.4.1.15b	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform vorteilhaft) und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur und Peak-flächenauswertung verwendet werden!
.6.5	Saure	AAS-	DIN ISO 11047,	geeignete Wellenlänge: 240,7; Einsatz von

	Aufschl.Lsg.	Graphitrohr	HBU 3.4.1.6a	Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur und Peak-flächenauswertung verwendet werden!
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 228,616 (Störung möglich durch Ti)
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 230,786 (Störung möglich durch Ni); 267,716
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich
.6.9	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 59 Hinweis: Störung durch Ca möglich

Literatur:

Nr.	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1993): DIN 38406-24, Ausgabe:1993-03: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Cobalt mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 24)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.4
.5.3	• siehe .4.5
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.1
.6.4	• siehe .4.2
.6.5	• siehe .6.1
.6.6	• siehe .4.3

.6.8	• siehe .4.4
.6.9	• siehe .4.5

Fe_{ges}	Eisen Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D17.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-32	geeignete Wellenlänge: 248,3; Luft-Acetylen-Flamme
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 259,940; 238,20 (Störung mögl. durch Co)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 54
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-32	geeignete Wellenlänge: 248,3; Luft-Acetylen-Flamme
.5.2	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 19684-6, HBU 3.4.1.17.2a	oxalat-lösliches Eisen mit AAS-Flamme; geeignete Wellenlänge: 248,3; Luft-Acetylen-Flamme
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 259,940; 238,20 (Störung mögl. durch Co)
.5.4	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 234,349; 240,488; 271,441
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-32	geeignete Wellenlänge: 248,3; Luft-Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 259,940; 238,20 (Störung mögl. durch Co)
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 216,677; 234,349; 259,94; 271,441; 273,955;
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 54

Literatur:

Nr. D17.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2000): DIN 38406-32, Ausgabe:2000-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 32: Bestimmung von Eisen mittels Atomabsorptionsspektrometrie (E 32)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.5.1	• Siehe .4.1
.5.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997):

	DIN 19684-6, Ausgabe:1997-12: Bodenuntersuchungsverfahren im landwirtschaftlichen Wasserbau – Chemische Laboruntersuchungen – Teil 6: Besehalts an oxalatlöslichem Eisen
.5.3	• siehe .4.2
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2

F_F^-	Fluor Fluorid	BZE Level I+II

Nr. D20.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. 2 HBU 3.4.1.20[a] u. 20b	
.4.2	Wässrige Lsg.	Ionenselektive Direkpotentiometrie	DIN 38405 HBU 3.4.1.20b	F-selektiver Elektrode; Verwendung von Ionenpuffern notwendig
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	Ionenselektive Direkpotentiometrie	DIN 38405 HBU 3.4.1.20b	F-selektiver Elektrode; Verwendung von Ionenpuffern notwendig

Literatur:

Nr. D20.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1985): DIN 38405-4, Ausgabe:1985-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Anionen (Gruppe D); Bestimmung von Fluorid (D 4)
.6.1	• siehe .4.2

K_{ges}	Kalium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D30.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	ISO 9964-2	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-13	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.3	Wässrige Lsg.	AES-Flamme	DIN ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 766,49 (Störung mögl. durch Mg, Ar); 769,90; Hinweis: Für die Analyse von Na mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 39
.4.6	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 14911	
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 39
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	ISO 9964-2	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.2	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-13	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.3	Salzextrakt	AES-Flamme	DIN ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.4	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 766,49 (Störung mögl. durch Mg, Ar); 769,90; Hinweis: Für die Analyse von Na mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Außerdem ist eine Matrixanpassung hinsichtlich der Gesamtionenkonzentration erforderlich, um die geänderten Plasma-anregungsbedingungen auszugleichen. Bei Verwendung eines axialen Plasmas

				muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 39
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	ISO 9964-2	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-13	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AES-Flamme	DIN ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 766,5; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 766,49 (Störung mögl. durch Mg, Ar); 769,90; Hinweis: Für die Analyse von Na mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Außerdem ist eine Matrixanpassung hinsichtlich der Gesamtionenkonzentration erforderlich, um die geänderten Plasma-anregungsbedingungen auszugleichen. Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 39
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 39

Literatur:

Nr. D30.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1993): ISO 9964-2, Ausgabe:1993-05: Wasserbeschaffenheit; Bestimmung von Natrium und Kalium; Teil 2: Bestimmung von Kalium mittels Atomabsorptionsspektrometrie
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1992): DIN 38406-13, Ausgabe:1992-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Kalium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Luft-Acetylen-Flamme (E 13)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Natrium und Kalium - Teil 3: Bestimmung von Natrium und Kalium mittels Flammenphotometrie (ISO 9964-3:1993)
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN EN ISO 14911, Ausgabe:1999-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Kationen Li^+, Na^+, NH_4^+, K^+, Mn^{2+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Sr^{2+} und Ba^{2+} mittels Ionenchromatographie - Verfahren für Wasser und Abwasser (ISO 14911:1998); Deutsche Fassung EN ISO 14911:1999
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.3
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5
.6.6	• siehe .4.7

C_{ges}	Kohlenstoff Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D31.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 10694, HBU 3.4.1.31.1a	
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	
.4.1	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	DIN EN 1484	
.4.2	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	ISO 8245	
.5.1	Salzextrakt	Elementar-analyse	DIN EN 1484	
.5.2	Salzextrakt	Elementar-analyse	ISO 8245	

Literatur:

Nr. D31.1	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von organischem Kohlenstoff und Gesamtkohlenstoff nach trockener Verbrennung (Elementaranalyse) (ISO 10694:1995)
.2.1	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Wasseranalytik - Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC); Deutsche Fassung EN 1484-1997
.4.2	• ISO 8245: Wasserbeschaffenheit - Anleitung zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), Ausgabe 1999-03
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2

C_{org}/DOC	Kohlenstoff Kohlenstoff organisch / gelöster organischer Kohlenstoff	BZE Level I+II

Nr. D31.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 10694, HBU 3.4.1.31.1a	direkte Corg-Bestimmung durch Cges-Bestimmung nach Zerstörung von Carbonaten mit HCl
.1.2	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 10694, HBU 3.4.1.31.1a	indirekte Corg-Bestimmung als Differenz von Cges – C-CO_3 (bestimmt nach DIN ISO 10693)
.1.3	Boden (Festphase)	Elementar-analyse		indirekte Corg-Bestimmung an Carbonat-haltigen Böden durch C-CO_3-Bestimmung nach trockener Veraschung
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	direkte Corg-Bestimmung durch Cges-Bestimmung nach Zerstörung von Carbonaten mit HCl
.2.2	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	indirekte Corg-Bestimmung als Differenz von Cges – C-CO_3 (bestimmt nach DIN ISO 10693)
.2.3	Humus (Festphase)	Elementar-analyse		indirekte Corg-Bestimmung an Carbonat-haltigen Böden durch C-CO_3-Bestimmung nach trockener Veraschung
.2.4	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Fraktionierte Verbrennung über Temperatur-programm; Hinweis: $MgCO_3$ kann zu Verschiebungen der Grenze C-CO_3/Corg führen
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	direkte Corg-Bestimmung durch Cges-Bestimmung nach Zerstörung von Carbo-naten mit HCl
.3.2	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	indirekte Corg-Bestimmung als Differenz von Cges – C-CO_3 (bestimmt nach DIN ISO 10693)
.4.1	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	DIN EN 1484	direkte DOC-Bestimmung nach Zerstörung von Hydrogencarbonaten mit Säure oder als Differenzmessung (TC-TIC)
.4.2	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	ISO 8245	direkte DOC-Bestimmung nach Zerstörung von Hydrogencarbonaten mit Säure oder als Differenzmessung (TC-TIC)
.4.3	**Wässrige Lsg.**	Spektro-photometrie		DOC-Bestimmung durch Messung der Farbänderung einer Indikatorlösung nach Zerstörung von Carbonaten/Hydro-gencarbonaten mit Säure, Oxidation des org. C und Austreiben des CO2 über eine gasdurchlässige Membran
.5.1	Salzextrakt	Elementar-analyse	DIN EN 1484	direkte DOC-Bestimmung nach Zerstörung von Carbonaten mit Säure oder als Diffe-

				renzmessung (TC-TIC)
.5.2	Salzextrakt	Elementar-analyse	ISO 8245	direkte DOC-Bestimmung nach Zerstörung von Carbonaten mit Säure oder als Diffe-renzmessung (TC-TIC)

Literatur:

Nr. D31.2	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von organischem Kohlenstoff und Gesamtkohlen-stoff nach trockener Verbrennung (Elementaranalyse) (ISO 10694:1995)
.1.2	• siehe .1.1
.2.1	• siehe .1.1
.2.2	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.3.2	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Wasseranalytik - Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC); Deutsche Fassung EN 1484-1997
.4.2	• ISO 8245: Wasserbeschaffenheit - Anleitung zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), Ausgabe 1999-03
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2

C_{CO3}	Kohlenstoff Carbonat	BZE Level I+II

Nr. D31.3.	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Volumetrie	DIN ISO 10693, HBU 3.5.6a	Gas-volumetrische Bestimmung nach Scheibler
.1.2	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Cges-Bestimmung nach Veraschung der org. Substanz
.1.3	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Fraktionierte Verbrennung über Temperaturprogramm
.1.4	Boden (Festphase)	Coulometrie		
.1.5	Boden (Festphase)	Volumetrie	In Anlehnung an TGL 25418-05	volumetrische Bestimmung nach 1 min. Kochen in 40%iger H_3PO_4
.2.1	Humus (Festphase)	Volumetrie	in Anlehnung an DIN ISO 10693 in Anlehnung an HBU 3.5.6a	Gas-volumetrische Bestimmung nach Scheibler
.2.2	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Cges-Bestimmung nach Veraschung der org. Substanz
.2.3	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 10694 in Anlehnung an HBU 3.4.1.31.1a	Fraktionierte Verbrennung über Temperatur-programm; Hinweis: $MgCO_3$ kann zu Verschiebungen der Grenze C-CO_3/Corg führen
.2.4	Humus (Festphase)	Coulometrie		
.4.1	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	DIN EN 1484	indirekte C-CO_3-Bestimmung durch Messung von TC vor und nach Säurezusatz
.4.2	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	ISO 8245	indirekte C-CO_3-Bestimmung durch Messung von TC vor und nach Säurezusatz
.4.3	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse		direkte C-CO_3-Bestimmung durch Verbrennung bei 100 °C und Phosphor-säurezusatz

Literatur:

Nr.	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Boden-beschaffenheit - Bestimmung des Carbonatgehaltes - Volumetrisches Verfahren (ISO 10693:1995)
.1.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Boden-beschaffenheit - Bestimmung von organischem Kohlenstoff und Gesamtkohlenstoff nach trockener Verbrennung (Elementaranalyse) (ISO 10694:1995)

.1.3	• siehe .1.2
.1.5	• Technische Güte- und Lieferbedingungen der Deutschen Demokratischen Republik, 1977: TGL 25418/05: Chemische Bodenuntersuchung - Bestimmung des Kalziumkarbonatgehaltes
.2.1	• siehe .1.1
.2.2	• siehe .1.2
.2.3	• siehe .1.2
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): Wasseranalytik - Anleitungen zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC); Deutsche Fassung EN 1484-1997
.4.2	• ISO 8245: Wasserbeschaffenheit - Anleitung zur Bestimmung des gesamten organischen Kohlenstoffs (TOC) und des gelösten organischen Kohlenstoffs (DOC), Ausgabe 1999-03

Cu_{ges}	Kupfer Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D32.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-7, HBU 3.4.1.32b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Luft/Acetylen-Flamme
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$)
.4.3	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-7, HBU 3.4.1.32b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 324,754 (Störung möglich durch Ti, Fe); 327,396; Hinweis: Bei Verwendung eines Ultraschall-zerstäubers ist darauf zu achten, dass die Matrixeinflüsse erheblich sind. Es muss mit angepasster Matrix gemessen werden!
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 63, 65
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 63, 65
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 63, 65 Störungen durch die Polyatomionen POO (63) und SOOH (65) möglich
.5.1	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 324,754 (Störung möglich durch Ti, Fe); 327,396
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 63, 65
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 63, 65 Störungen durch die Polyatomionen POO (63) und SOOH (65) möglich
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-7, HBU 3.4.1.32b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Luft/Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 324,7; Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd + $Mg(NO_3)_2$)
.6.4	Saure	AAS-	DIN 38406-7,	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von

	Aufschl.Lsg.	Graphitrohr	HBU 3.4.1.32b	Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen)
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 324,7; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$)
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 324,754 (Störung möglich durch Ti, Fe); 327,396; Hinweis: Bei Verwendung eines Ultraschall-zerstäubers ist darauf zu achten, dass die Matrixeinflüsse erheblich sind. Es muss mit angepasster Matrix gemessen werden!
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 223,008 (Störung möglich durch Mn, Mo)
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 63, 65
.6.9	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd. VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 63, 65
.6.10	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 63, 65 Störungen durch die Polyatomionen POO (63) und SOOH (65) möglich

Literatur:

Nr. D32.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1991): DIN 38406-7, Ausgabe:1991-09: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Kupfer mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 7)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.3	• siehe .4.1
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.4

.5.2	• siehe .4.5
.5.3	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.3	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.1
.6.5	• siehe .6.2
.6.6	• siehe .4.4
.6.8	• siehe .4.5
.6.9	• siehe .4.6
.6.10	• siehe .4.7

Mg_{ges}	Magnesium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D36.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlänge: 285,2; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-Zusatz als Befreiungsreagenz empfohlen
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 279,079; 279,553; 285,213 (Störung mögl. durch Fe)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlänge: 280,270
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 24, 25
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 24, 25
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlänge: 285,2; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-Zusatz als Befreiungsreagenz empfohlen
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 279,079; 279,553; 285,213 (Störung mögl. durch Fe)
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 280,270;
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 24, 25
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 24, 25
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN EN ISO 7980	geeignete Wellenlänge: 285,2; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-Zusatz als Befreiungsreagenz empfohlen
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 279,079; 279,553; 285,213 (Störung mögl. durch Fe)
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:257,61; 277,983; 280,270; 383,23;
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 24, 25
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 24, 25

Literatur:

Nr. D36.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2000): DIN EN ISO 7980, Ausgabe:2000-07: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Calcium und Magnesium - Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (ISO 7980:1986); Deutsche Fassung EN ISO 7980:2000
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5

Mn_{ges}	Mangan Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D37.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 279,5; Luft/Acetylen- oder Lachgas/Acetylen-Flamme; Lanthanzusatz sinnvoll
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-33	geeignete Wellenlängen: 279,5; 279,8; 280,1; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-zusatz sinnvoll
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 257,610 (Störung mögl. durch Fe, Mo, Cr); 293,306 (Störung mögl. durch Al, Fe)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:260,569
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 55
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Masse: 55
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 55
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 279,5; Luft/Acetylen- oder Lachgas/Acetylen-Flamme; Lanthanzusatz sinnvoll
.5.2	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-33	geeignete Wellenlängen: 279,5; 279,8; 280,1; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-zusatz sinnvoll
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 257,610 (Störung mögl. durch Fe, Mo, Cr); 293,306 (Störung mögl. durch Al, Fe
.5.4	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:260,569;
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 55
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047, HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 279,5; Luft/Acetylen- oder Lachgas/Acetylen-Flamme; Lanthanzusatz sinnvoll
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-33	geeignete Wellenlängen: 279,5; 279,8; 280,1; Luft/Acetylen-Flamme; Lanthan-zusatz sinnvoll
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 257,610 (Störung mögl. durch Fe, Mo, Cr); 293,306 (Störung mögl. durch Al, Fe)
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen:259,373 (Störung durch Fe möglich); 260,568; 279,482; 294,928

.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 55
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Masse: 55
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 55

Literatur:

Nr. D37.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2000): DIN 38406-33, Ausgabe:2000-06: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 33: Bestimmung von Mangan mittels Atomabsorptionsspektrometrie (E 33)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.3
.5.5	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.3
.6.5	• siehe .4.5
.6.6	• siehe .4.6
.6.7	• siehe .4.7

Mo_{ges}	Molybdän Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D38.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 95, 98
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 202,030 (Störung mögl. durch Al, Fe); 204,598
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 95, 98
.5.1	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 95, 98
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 95, 98
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 313,3; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje) und Graphitrohr pyrolytisch beschichtet Zeeman Graphitrohr, Rohr pyrolytisch beschichtet
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 202,030 (Störung mögl. durch Al, Fe); 204,598
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 203,844
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 95, 98
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 95, 98

Literatur:

Nr. D38.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005):

	DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.3
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.6.2	• siehe .4.2
.6.4	• siehe .4.1
.6.5	• siehe .4.3

Na_{ges}	Natrium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D39.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	ISO 9964-1	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-14	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.3	Wässrige Lsg.	AES-Flamme	ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 589,592 (Störung mögl. durch Ar); 588,995; 330,237; Hinweis: Für die Analyse von Na mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 23
.4.6	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 14911	
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 23
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	ISO 9964-1	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.2	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-14	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.3	Salzextrakt	AES-Flamme	ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.5.4	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 589,592 (Störung mögl. durch Ar); 588,995; 330,237; Hinweis: Für die Analyse von Na mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Außerdem ist eine Matrixanpassung hinsichtlich der Gesamtionenkonzentration erforderlich, um die geänderten Plasmaanregungsbedingungen auszugleichen. Bei Verwendung eines axialen Plasmas

				muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.5.5	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 23
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	ISO 9964-1	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-14	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AES-Flamme	ISO 9964-3	geeignete Wellenlänge: 589,0; Luft/Acetylen-Flamme; Ionisationspuffer nötig
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 589,592 (Störung mögl. durch Ar); 588,995; 330,237; Hinweis: Für die Analyse von Na mit ICP-OES sollte nach Möglichkeit eine radiale Plasmabeobachtung angewendet werden! Außerdem ist eine Matrixanpassung hinsichtlich der Gesamtionenkonzentration erforderlich, um die geänderten Plasma-anregungsbedingungen auszugleichen. Bei Verwendung eines axialen Plasmas muss ein Ionisationspuffer verwendet werden!
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 23
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 23

Literatur:

Nr. D39.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1993): ISO 9964-1, Ausgabe:1993-05: Wasserbeschaffenheit; Bestimmung von Natrium und Kalium; Teil 1: Bestimmung von Natrium mittels Atomabsorptionsspektrometrie
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1992): DIN 38406-14, Ausgabe:1992-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Natrium mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Luft-Acetylen-Flamme (E 14)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Natrium und Kalium - Teil 3: Bestimmung von Natrium und Kalium mittels Flammenphotometrie (ISO 9964-3:1993)
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN EN ISO 14911, Ausgabe:1999-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Kationen Li^+, Na^+, NH_4^+, K^+, Mn^{2+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Sr^{2+} und Ba^{2+} mittels Ionenchromatographie - Verfahren für Wasser und Abwasser (ISO 14911:1998); Deutsche Fassung EN ISO 14911:1999
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• siehe .4.3
.5.4	• siehe .4.4
.5.5	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• siehe .4.2
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• siehe .4.4
.6.5	• siehe .4.5
.6.6	• siehe .4.7

Ni_{ges}	Nickel Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D42.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Luft/Acetylen-Flamme
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen)
.4.3	Wässrige Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$)
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 231,604 (Störung möglich durch Co)
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.4.7	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.5.1	Salzextrakt	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen)
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 231,604 (Störung möglich durch Co)
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Luft/Acetylen-Flamme

.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047	geeignete Wellenlänge: 232,0; Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN EN ISO 15586 HBU 3.4.1.1b	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier ($Mg(NO_3)_2$) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur verwendet werden!
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN 38406-11	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet (Plattform empfohlen) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur verwendet werden!
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047	geeignete Wellenlänge: 232,0; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (D_2, Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr pyrolytisch beschichtet und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$) Hinweis: in schwieriger Matrix muss eine Zeeman-Untergrundkorrektur verwendet werden!
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 231,604 (Störung möglich durch Co)
.6.7	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 227,021; 341,476
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.6.9	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	VDLUFA, Bd. VII, 2.2.5 (2000)	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung
.6.10	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 58, 60 Hinweis: Die Analyse des 60Ni+ mit Quadrupol-ICP-MS erfordert die Korrektur der CaO+-Störung

Literatur:

Nr. D42.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1991): DIN 38406-11, Ausgabe:1991-09: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung von Nickel mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) (E 11)
.4.2	• siehe .4.1
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004):

	DIN EN ISO 15586, Ausgabe:2004-02: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Spurenelementen mittels Atomabsorptionsspektrometrie mit dem Graphitrohr-Verfahren
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band VII: Umweltanalytik; Abschnitt 2.2.5; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 2000
.4.7	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.4
.5.3	• siehe .4.5
.5.4	• siehe .4.7
.6.1	• siehe .4.1
.6.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• siehe .4.1
.6.5	• siehe .6.2
.6.6	• siehe .4.4
.6.8	• siehe .4.5
.6.9	• siehe .4.6
.6.10	• siehe .4.7

P_{ges}	Phosphor Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D44.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 178,287 (Störung möglich durch I); 213,618 (Störung möglich durch Cu, Fe, Mo, Zn); 214,914 (Störung möglich durch Cu, Al, Mg); 177,428 (Störung möglich durch Cu)
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 177,440; 185,943
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 6878	Bestimmung mit Ammoniummolybdat, Detektion bei 880 nm; Störungen durch Silikat und Arsenat möglich
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 15681-1 u. 2	Oxidation der P-Verbindungen mit Peroxodisulfat; anschl. Molybdänblau-Bestimmung mit FIA (680-720 nm) oder CFA (880nm)
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	Geeignete Masse: 60
.5.1	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 178,287 (Störung möglich durch I); 213,618 (Störung möglich durch Cu, Fe, Mo, Zn); 214,914 (Störung möglich durch Cu, Al, Mg); 177,428 (Störung möglich durch Cu); Hinweis: Bei Verwendung der Linien 213,618 und 214,914 ist wegen der auftretenden starken Untergrundsmesssignale auf eine sorgfältige Auswahl der Untergrundmesspositionen zu achten!
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 177,440; 185,943
.5.3	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	Geeignete Masse: 60
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 178,287 (Störung möglich durch I); 213,618 (Störung möglich durch Cu, Fe, Mo, Zn); 214,914 (Störung möglich durch Cu, Al, Mg); 177,428 (Störung möglich durch Cu) Hinweis: Bei Verwendung der Linien 213,618 und 214,914 ist wegen der auftretenden starken Untergrundsmesssignale auf eine sorgfältige Auswahl der Untergrundmesspositionen zu achten!
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 177,440; 185,943
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 31

.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	Spektro-photometrie	In Anlehnung an DIN EN ISO 6878	CFA nach Neutralisation der Aufschluss-lösung; Detektion bei 880 nm mit Ammo-niummolybdat; Störungen durch Silikat und Arsenat nach Aufschluss
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	Geeignete Masse: 60

Literatur:

Nr. D44.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 15681-1 Ausgabe 2005-05: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA) (ISO 15681-1:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15681-1:2004; Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA) (ISO 15681-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15681-2:2004
.4.4	• (Norm-Entwurf) OENORM EN ISO 15681-1+2, Ausgabe:2004-08-01: Wasser-Beschaffenheit - Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließ-analytik (FIA und CFA) - Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA) (ISO 15681-1:2003); Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse (CFA) (ISO 15681-2:2003)
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe: 2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.5
.6.1	• siehe .4.1
.6.4	• siehe .4.3 • Olsen, S.R. u. Sommers, L.E. (1982): Chapter „Phosphorus“ in: Page, A.L. et al. (1982): Methods of Soil Analysis, Part 2: Chemical and Microbiological Properties; American Society of Agronomy; Madison, Wisconsin
.6.5	• Siehe .4.5

P_{PO4}	Phosphor Phosphat	BZE Level I+II

Nr. D44.2	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. 2 HBU 3.4.1.20[a] u. 20b	
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 6878	Bestimmung mit Ammoniummolybdat, Detektion bei 880 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 15681-1 u. 2	Molybdänblau-Bestimmung mit FIA (680-720 nm) oder CFA (880 nm); Störungen durch Silikat und Arsenat möglich
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		Messung als Molybdänblau bei 820-880 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich
.5.1	Salzextrakt	Spektro-photometrie	VDLUFA A6.2.1.1, HBU 3.4.1.44.2a	Messung als Molybdänblau bei 580 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich
.5.2	Salzextrakt	Spektro-photometrie		Messung als Molybdänblau bei 700 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	Spektro-photometrie		Messung als Molybdänblau bei 820-880 nm; Störungen durch Silikat, Arsenat und Huminstoffe möglich

Literatur:

Nr. D44.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 6878, Ausgabe:2004-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Phosphor - Photometrisches Verfahren mittels Ammoniummolybdat (ISO 6878:2004); Deutsche Fassung EN ISO 6878:2004
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 15681-1 Ausgabe 2005-05: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Orthophosphat und Gesamtphosphor mittels Fließanalytik (FIA und CFA) - Teil 1: Verfahren mittels Fließinjektionsanalyse (FIA) (ISO 15681-1:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15681-1:2004; Teil 2: Verfahren mittels kontinuierlicher Durchflussanalyse

	(CFA) (ISO 15681-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 15681-2:2004
.4.4	• Murphy, J. u. Riliey, J.P. (1962): A modified single solution method for determining of phosphate in natural waters; Anal. Chim. Acta 27 (1962), S. 31ff
.5.1	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten (1991): Methodenhandbuch, Band I, Die Untersuchung von Böden; Kap. A 6.2.1.1: Bestimmung von Phosphor und Kalium im Calcium-Acetat-Lactat (CAL)-Auszug; VDLUFA-Verlag, Darmstadt
.5.2	• Just, G. (1983): Bodenuntersuchungen im Labor. In: Anleitung für die forstliche Standortserkundung im nordostdeutschen Tiefland (Standortserkundungsanleitung). SEA 83 - B- 11. VEB Forstprojektierung Potsdam
.6.1	• siehe .4.4

Hg_{ges}	Quecksilber Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D47.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	EPA 7473	thermische Zersetzung, Amalgamierung und atomabsorptionsspektroskopische Bestimmung
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	EPA 7473	thermische Zersetzung, Amalgamierung und atomabsorptionsspektroskopische Bestimmung
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	EPA 7473	thermische Zersetzung, Amalgamierung und atomabsorptionsspektroskopische Bestimmung
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN EN 1483, HBU 3.4.1.47a	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.4.2	Wässrige Lsg.	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN 38406-12 HBU 3.4.1.47b	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.4.3	Wässrige Lsg.	Atomfluores-zenzspek-troskopie	DIN EN 13506	
.5.1	Salzextrakt	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN EN 1483, HBU 3.4.1.47a	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.5.2	Salzextrakt	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN 38406-12 HBU 3.4.1.47b	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN EN 1483, HBU 3.4.1.47a	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid oder Natriumtetrahydroborat
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 200, 202
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	Atomfluores-zenzspek-troskopie	DIN EN 13506	
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Hydrid/Kalt-dampf	DIN ISO 16772 HBU 3.4.1.47d	geeignete Wellenlänge: 253,7; Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	Atomfluores-zenzspek-troskopie	DIN ISO 16772 HBU 3.4.1.47d	Vorreduktion von Hg (II) u. Hg (I) zu Hg (0) mit Zinn(II)-chlorid

Literatur:

Nr. D47.1	Literatur
.1.1	• Environmental Protection Agency (EPA) (1998): EPA-Method 7473: Mercury In Solids And Solutions By Thermal Decomposition, Amalgamation, And Atomic Absorption Spectrophotometry

.2.1	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN 1483, Ausgabe:1997-08: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Quecksilber; Deutsche Fassung EN 1483:1997
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1980): DIN 38406-12, Ausgabe 1980-07: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung des Quecksilbers
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): DIN EN 13506, Ausgabe:2002-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Quecksilber mittels Atomfluoreszenzspektrometrie; Deutsche Fassung EN 13506:2001
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.6.1	• siehe .4.1
.6.3	• siehe .4.3
.6.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN ISO 16772 Ausgabe 2005-06: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Quecksilber in Königswasser-Extrakten von Boden durch Kaltdampf-Atomabsorptionsspektrometrie oder Kaltdampf-Atomfluoreszenzspektrometrie (ISO 16772:2004)
.6.5	• Siehe .6.4

S_{ges}	Schwefel Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D54.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 15178, HBU 3.4.1.54b	Katalysator-Zusatz erforderlich
.1.2	Boden (Festphase)	RFA		
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 15178 in Anlehnung an 3.4.1.54b	
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 15178 in Anlehnung an 3.4.1.54b	
.3.2	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 182,036 (Störung möglich durch Cr, Mo); 180,669 (Störung möglich durch Ca)
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-MS		geeignete Massen: 33, 34
.5.1	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 182,036 (Störung möglich durch Cr, Mo); 180,669 (Störung möglich durch Ca)
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 180,731 (Störung möglich durch Ca); 181,972; 182,624
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 182,036 (Störung möglich durch Cr, Mo); 180,669 (Störung möglich durch Ca); Hinweis: die Wellenlänge 180,669 sollte wegen tendenziell zu hoher Werte und der Ca-Störung bei Bodenaufschlüssen vermieden werden
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 180,731 (Störung möglich durch Ca); 181,972; 182,624
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Massen: 33, 34

Literatur:

Nr. D54.1	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2001): DIN ISO 15178, Ausgabe:2001-02: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des Gesamtschwefels nach trockener Verbrennung (ISO 15178:2000)
.1.2	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.2.1	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.5.1	• siehe .4.1
.6.1	• siehe .4.1

S_{SO4}	Schwefel Sulfat	BZE Level I+II

Nr. D54.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. 2 HBU 3.4.1.20a u. 20d	
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES		Hinweis: In wässrigen Lösungen ist in der Regel der S-SO4-Gehalt identisch mit dem Sges-Gehalt. In huminstoffhaltigen Lösungen muss jedoch der Sorg-Gehalt der Huminstoffe wie folgt berücksichtigt werden: Bestimmung von Sges nach DIN EN ISO 11885 und Corg nach DIN EN 1484; rechnerische Subtraktion des Sorg vom Sges nach der Gleichung: S-SO4 (mg/l) = Sges (mg/l) – (Corg (mg/l) / 130);
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		CFA mit Ba-Methylthymolblau bei 460 nm; online-Ionenaustauscher erforderlich; Blindwertkorrektur für gefärbte und huminstoffhaltige Lösungen über Blindkanal mit Ca-Methylthymolblau
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		CFA mit Ba-Methylthymolblau bei 460 nm; online-Ionenaustauscher erforderlich;
.4.5	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie		CFA mit Ba-Methylthymolblau bei 620 nm; online-Ionenaustauscher erforderlich;
.4.6	Wässrige Lsg.	Volumetrie	DIN 38405-5	Komplexometrische Titration nach Kationen-Austausch

Literatur:

Nr. D54.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996
.4.2	• König u. Fortmann (1999): Berichte des Forschungszentr. Waldökosysteme, Reihe B, Bd. 59; Methode SSO4ICP1.1
.4.3	• König u. Fortmann (1996): Berichte des Forschungszentr. Waldökosysteme, Reihe B, Bd. 47; Methode SSO4CFC1.2
.4.4	• Coloros, E. et. al. (1976): Linearizing the calibration curve in determination of sulfate by

	the methylthymol blue methode, Anal. Chem. 48, 1693 ff.
.4.5	• siehe .4.4
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1985): DIN 38405-5, Ausgabe:1985-01: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Anionen (Gruppe D); Bestimmung der Sulfat-Ionen (D5)

Si_{ges}	Silizium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D57.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 251,611; 212,412; 288,158
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme		geeignete Wellenlängen: 251,6; Lachgas-/Acetylen-Flamme; amorphes Si in NaOH-Lösung; Hinweis: Befreiungsreagenz wegen Fällung problematisch
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	In Anlehnung an DIN 38406-29 HBU: in Anlehnung an 3.4.1.1a	Geeignete Masse: 22

Literatur:

Nr. D57.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma

Si_{SiO4}	Silizium Silikat	BZE Level I+II

Nr. D57.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 16264	Bestimmung mit Ammoniummolybdat; Detektion bei 820 nm; Störung durch Phosphat und Arsenat
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN 38405-21	Bestimmung mit Ammoniummolybdat bei 810 nm; Störung durch Phosphat und Arsenat

Literatur:

Nr. D57.2	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN EN ISO 16264, Ausgabe:2004-05: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung löslicher Silicate mittels Fließanalytik (FIA und CFA) und photometrischer Detektion (ISO 16264:2002); Deutsche Fassung EN ISO 16264:2004
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1990): DIN 38405-21, Ausgabe:1990-10: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Anionen (Gruppe D); Photometrische Bestimmung von gelöster Kieselsäure (D 21)

N_{ges}	Stickstoff Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D58.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	Elementar-analyse	DIN ISO 13878, HBU 3.4.1.58a	
.2.1	Humus (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 13878 in Anlehnung an 3.4.1.58a	
.3.1	Pflanze (Festphase)	Elementar-analyse	in Anlehnung an DIN ISO 13878 in Anlehnung an 3.4.1.58a	
.4.1	Wässrige Lsg.	Elementar-analyse	DIN EN 12260	TN-Analysator mit Chemiluminescenz-Detektion
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN ISO 14255, HBU 3.4.1.58c	CFA mit UV-Aufschluss und Nitratreduktion; Nitrit-Detektion mit Sulfanilamid und N(1-naphthyl)ethylen-diamindichlorid bei 543 nm
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 11905-1	Nitratbestimmung nach oxidativem Aufschluss mit Peroxodisulfat
.4.4	Wässrige Lsg.	Chemilu-menszenz	DIN EN ISO 11905-2	Verbrennung und Oxidation zu Stickstoffdioxid; Chemilumueneszenz-Detektion
.5.1	Salzextrakt	Elementar-analyse	DIN EN 12260	TN-Analysator mit Chemiluminescenz-Detektion
.5.2	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN ISO 14255, HBU 3.4.1.58c	CFA mit UV-Aufschluss und Nitratreduktion; Nitrit-Detektion mit Sulfanilamid und N(1-naphthyl)ethylen-diamindichlorid bei 543 nm
.5.3	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN V ISO/TS 14256-1und -2 HBU 3.4.1.58d	Batch, CFA oder FIA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 660 nm

Literatur:

Nr. D58.1	Literatur
.1.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN ISO 13878, Ausgabe:1998-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des Gesamt-Stickstoffs durch trockene Verbrennung (Elementaranalyse) (ISO 13878:1998)
.2.1	• siehe .1.1
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN EN 12260, Ausgabe:2003-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Stickstoff - Bestimmung von gebundenem Stickstoff (TNb) nach Oxidation zu Stickstoffoxiden; Deutsche Fassung EN 12260:2003
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN ISO 14255, Ausgabe:1998-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat-Stickstoff, Ammonium- Stickstoff und löslichem Gesamt-Stickstoff in lufttrockenen

	Böden nach Extraktion mit Calciumchloridlösung (ISO 14255:1998)
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN EN ISO 11905-1, Ausgabe:1998-08: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Stickstoff - Teil 1: Bestimmung von Stickstoff nach oxidativem Aufschluß mit Peroxodisulfat (ISO 11905-1:1997)
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN ISO 11905-2, Ausgabe:1997-03: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Stickstoff - Teil 2: Bestimmung von gebundenem Stickstoff nach Verbrennung und Oxidation zu Stickstoffdioxid und Chemolumineszens-Detektion
.5.2	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO/TS 14256-1 (Vornorm), Ausgabe:2003-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat, Nitrit und Ammonium in feldfrischen Böden nach Extraktion mit Kaliumchloridlösung - Teil 1: Manuelles Verfahren (ISO/TS 14256-1:2003)

N_{org}	Stickstoff Organischer Stickstoff	BZE Level I+II

Nr. D58.2	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.		Rechnerische Ermittlung	Rechnerische Ermittlung: Norg = Nges - NNH_4 - NNO_3; Bestimmung von Nges, NNH4 und NNO_3 siehe HFA, Teil D58.1, D58.3 und D58.4
.5.1	Salzextrakt		Rechnerische Ermittlung	Rechnerische Ermittlung: Norg = Nges - NNH_4 - NNO_3; Bestimmung von Nges, NNH4 und NNO_3 siehe HFA, Teil D58.1, D58.3 und D58.4

Literatur:

Nr. D58.2	Literatur
.4.1	• siehe D58.1, D58.3 und D58.4
.5.1	• siehe D58.1, D58.3 und D58.4

N_{NH4}	Stickstoff Ammonium	BZE Level I+II

Nr. D58.3	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 14911	
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 11732	CFA oder FIA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 640-660 nm
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	in Anlehnung an DIN EN ISO 11732	CFA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 692 nm
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 11732	FIA mit Gasdiffusion, Alkalinisierung einer empfindlichen Pufferlösung und Farbumschlagmessung eines Mischindikators bei 590 nm
.4.5	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	ISO 7150-1 und -2	Batch oder CFA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 650-660 nm
.4.6	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN 38406-5	Bestimmung mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 655 nm
.4.7	Wässrige Lsg.	Potentio-metrie		Gas-sensitive Elektrode; Messung von NH_3 nach NaOH-Zugabe
.5.1	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN V ISO/TS 14256-1 und -2, HBU 3.4.1.58d	Batch, CFA oder FIA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 630 nm
.5.2	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN ISO 14255, HBU 3.4.1.58c	CFA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 660 nm
.5.3	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN 19746 HBU 3.4.1.58f	CFA oder FIA mit Indophenol-Blau-Reaktion; Extinktionsmessung bei 660 nm

Literatur:

Nr. D58.3	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN EN ISO 14911, Ausgabe:1999-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Kationen Li^+, Na^+, NH_4^+, K^+, Mn^{2+}, Ca^{2+}, Mg^{2+}, Sr^{2+} und Ba^{2+} mittels Ionenchromatographie - Verfahren für Wasser und Abwasser (ISO 14911:1998); Deutsche Fassung EN ISO 14911:1999
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11732, Ausgabe:1997-09: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Ammoniumstickstoff mit der Fließanalyse (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion (ISO 11732:1997); Deutsche Fassung EN ISO 11732:1997
.4.3	• siehe .4.2
.4.4	• siehe .4.2
.4.5	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1986): ISO 7150-2, Ausgabe:1986-12: Wasserbeschaffenheit; Bestimmung von Ammonium; Teil 1: manuelles spektrometrisches Verfahren; Teil 2: Automatisches spektrometrisches Verfahren

.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1983): DIN 38406-5, Ausgabe:1983-10: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Kationen (Gruppe E); Bestimmung des Ammonium-Stickstoffs (E 5)
.5.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO/TS 14256-1 (Vornorm), Ausgabe:2003-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat, Nitrit und Ammonium in feldfrischen Böden nach Extraktion mit Kaliumchloridlösung - Teil 1: Manuelles Verfahren, Teil 2: automatisches Verfahren (ISO/TS 14256-1:2003)
.5.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN ISO 14255, Ausgabe:1998-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat-Stickstoff, Ammonium- Stickstoff und löslichem Gesamt-Stickstoff in lufttrockenen Böden nach Extraktion mit Calciumchloridlösung (ISO 14255:1998)
.5.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN 19746 Ausgabe 2005-06: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von mineralischem Stickstoff (Nitrat und Ammonium) in Bodenprofilen (Nmin-Laborverfahren)

N_{NO3}	Stickstoff Nitrat	BZE Level I+II

Nr. D58.4	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	IC	DIN EN ISO 10304-1 u. -2 HBU 3.4.1.20[a] u. 20d	
.4.2	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN EN ISO 13395	CFA oder FIA mit Nitratreduktion; Nitrit-Detektion als Diazoverbindung mit Sulfanil-amid und N(1-naphthyl)ethyldiamin-dihydrochlorid bei 520 – 560 nm Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.4.3	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN 38405-29	Bestimmung mit Sulfosalycilsäure bei 415 nm
.4.4	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	DIN 38405-9	Bestimmung mit 2,6-Dimethylphenol bei 324 nm Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.4.5	Wässrige Lsg.	Spektro-photometrie	in Anlehnung an VDLUFA A 6.1.4.1	Direktmessung bei 210 nm vor und nach Red. des Nitrats mit Zn/Cu oder Cd/Cu Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.5.1	Salzextrakt	Spektro-photometrie	VDLUFA A 6.1.4.1	Direktmessung bei 210 nm vor und nach Red. des Nitrats mit Zn/Cu oder Cd/Cu Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.5.2	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN ISO 14255, HBU 3.4.1.58c	CFA oder FIA mit Nitratreduktion; Nitrit-Detektion als Diazoverbindung mit Sulfanil-amid und N(1-naphthyl)ethyldiamindihydro-chlorid bei 543 nm Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.5.3	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN V ISO/TS 14256-1 und -2, HBU 3.4.1.58d	Batch, CFA oder FIA mit Nitratreduktion; Nitrit-Detektion als Diazoverbindung mit Sulfanilamid und N(1-naphthyl)ethyldiamin-dihydrochlorid bei 543 nm Anmerkung: Nitrit wird als Nitrat mitbestimmt
.5.4	Salzextrakt	Spektro-photometrie	DIN 19746 HBU 3.4.1.58f	CFA oder FIA mit Nitratreduktion; Nitrit-Detektion als Diazoverbindung mit Sulfanil-amid und N(1-naphthyl)ethyldiamindihydro-chlorid bei 543 nm

Literatur:

Nr. D58.4	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1995): DIN EN ISO 10304-1, Ausgabe:1995-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen Fluorid, Chlorid, Nitrit, Orthophosphat, Bromid, Nitrat und Sulfat mittels Ionenchromatographie - Teil 1: Verfahren für gering belastete Wässer; Teil 2: Verfahren für belastete Abwässer (ISO 10304-1:1992); Deutsche Fassung EN ISO 10304-1:1995 • Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 10304-2, Ausgabe:1996-11: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung der gelösten Anionen mittels Ionenchromatographie - Teil 2: Bestimmung von Bromid, Chlorid, Nitrat, Nitrit, Orthophosphat und Sulfat in Abwasser (ISO 10304-2:1995); Deutsche Fassung EN ISO 10304-2:1996
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1996): DIN EN ISO 13395, Ausgabe: 1996-12: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von Nitritstickstoff, Nitratstickstoff und der Summe von beiden mit der Fließanalytik (CFA und FIA) und spektrometrischer Detektion (ISO 13395:1996); Deutsche Fassung EN ISO 13395:1996
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1994): DIN 38405-29, Ausgabe:1994-11: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Anionen (Gruppe D) - Teil 9: Photometrische Bestimmung von Nitrat mit Sulfosalizylsäure (D 29); ISO 7890-3:1988, modifiziert
.4.4.	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1979): DIN 38405-9, Ausgabe:1994-11: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Anionen (Gruppe D) - Teil 29: Bestimmung des Nitrat-Ions (D 9)
.4.5	• Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten [Hrsg.] (1991): Methodenbuch Band 1: Die Untersuchung von Böden; Abschnitt A 6.1.4.1; VDLUFA-Verlag, Darmstadt ; 1991
.5.1	• siehe .4.5
.5.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN ISO 14255, Ausgabe:1998-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat-Stickstoff, Ammonium- Stickstoff und löslichem Gesamt-Stickstoff in lufttrockenen Böden nach Extraktion mit Calciumchloridlösung (ISO 14255:1998)
.5.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO/TS 14256-1 (Vornorm), Ausgabe:2003-11: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Nitrat, Nitrit und Ammonium in feldfrischen Böden nach Extraktion mit Kaliumchloridlösung - Teil 1: Manuelles Verfahren; Teil 2: automatisches Verfahren (ISO/TS 14256-1:2003)
.5.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1998): DIN 19746 Ausgabe 2005-06: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von mineralischem Stickstoff (Nitrat und Ammonium) in Bodenprofilen (Nmin-Laborverfahren)

Sr_{ges}	Strontium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D59.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.5.1	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 407,771; 421,552; 460,733
.5.2	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 86; 88
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 407,771; 421,552; 460,733
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 215,284 (Störung möglich durch P); 346,446
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 86; 88
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 86; 88

Literatur:

Nr. D59.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.5.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.5.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.6.1	• siehe .5.1
.6.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.6.4	• Siehe .5.2

Ti_{ges}	Titan Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D64.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 334,941 (Störung möglich durch Ca, Cr, Si); 336,121; 337,280; 368,520 (Störung möglich durch Co, Cr)
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 330,188; 338,376; 338,576 (Störung möglich durch Fe)
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS		geeignete Massen: 46, 47, 48

Literatur:

Nr. D64.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997

Zn_{ges}	Zink Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D73.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.3.1	Pflanze (Festphase)	RFA		
.4.1	Wässrige Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-8	geeignete Wellenlänge: 213,9; Luft/Acetylen-Flamme
.4.2	Wässrige Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 206,191 (Störung möglich durch Cr); 213,856 (Störung möglich durch Cu, Ni, Fe)
.4.3	Wässrige Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 334,501; 339,198
.4.4	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 64; 66; 68
.4.5	Wässrige Lsg.	ICP-MS		geeignete Masse: 67
.4.6	Wässrige Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 64; 66; 68
.5.1	Salzextrakt	AAS-Flamme	DIN 38406-8	geeignete Wellenlänge: 213,9; Luft/Acetylen-Flamme
.5.2	Salzextrakt	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 206,191 (Störung möglich durch Cr); 213,856 (Störung möglich durch Cu, Ni, Fe);
.5.3	Salzextrakt	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 202,505; 334,501
.5.4	Salzextrakt	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 64; 66; 68
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 213,9; Luft/Acetylen-Flamme
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Flamme	DIN 38406-8	geeignete Wellenlänge: 213,9; Luft/Acetylen-Flamme
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	AAS-Graphitrohr	DIN ISO 11047 HBU 3.4.1.6a	geeignete Wellenlänge: 213,9; Einsatz von Untergrundkorrektursystem (Zeemann oder Smith-Hieftje empfohlen); Graphitrohr mit Plattform (pyrolytisch beschichtet) und Matrix-Modifier (Pd, $Mg(NO_3)_2$ oder $(NH_4)_2HPO_4$)
.6.4	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885, HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 206,191 (Störung möglich durch Cr); 213,856 (Störung möglich durch Cu, Ni, Fe); Hinweis: die Wellenlänge 206,191 sollte in schwieriger Matrix vermieden werden!
.6.5	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES		geeignete Wellenlängen: 202,505; 334,501
.6.6	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29, HBU 3.4.1.1a	geeignete Massen: 64; 66; 68
.6.7	Saure	ICP-MS		Geeignete Masse: 67

	Aufschl.Lsg.			
.6.8	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Massen: 64; 66; 68

Literatur:

Nr. D73.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.3.1	• siehe .1.1
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2004): DIN 38406-8, Ausgabe:2004-10: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 8: Bestimmung von Zink - Verfahren mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) in der Luft-Ethin- Flamme (E 8)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.4.4	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.4.6	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004
.5.1	• siehe .4.1
.5.2	• siehe .4.2
.5.4	• siehe .4.6
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2003): DIN ISO 11047, Ausgabe:2003-05: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung von Cadmium, Chrom, Cobalt, Kupfer, Blei, Mangan, Nickel und Zink im Königswasserextrakt - Flammen- und elektrothermisches atomabsorptionsspektrometrisches Verfahren (ISO 11047:1998)
.6.2	• siehe .4.1
.6.3	• siehe .6.1
.6.4	• siehe .4.2
.6.6	• siehe .4.4
.6.7	• siehe .4.6

Zr_{ges}	Zirkonium Gesamtgehalt	BZE Level I+II

Nr. D75.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.1.1	Boden (Festphase)	RFA		
.6.1	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-AES	DIN EN ISO 11885 HBU 3.4.1.3a	geeignete Wellenlängen: 343,823; 354,262; 339,198
.6.2	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN 38406-29 HBU 3.4.1.1a	geeignete Masse: 90
.6.3	Saure Aufschl.Lsg.	ICP-MS	DIN EN ISO 17294-2	geeignete Masse: 90

Literatur:

Nr. D75.1	Literatur
.1.1	• Hahn-Weinheimer, P., Hirner, A. u. Weber-Diefenbach, K. (2000): Röntgenfluoreszenz-analytische Methoden; Springer, Berlin
.6.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN EN ISO 11885, Ausgabe:1998-04: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ISO 11885:1996); Deutsche Fassung EN ISO 11885:1997
.6.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1999): DIN 38406-29, Ausgabe:1998-05: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung - Kationen (Gruppe E) - Teil 29: Bestimmung von 61 Elementen durch Massenspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
.6.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2005): DIN EN ISO 17294-2 Ausgabe:2005-02: Wasserbeschaffenheit - Anwendung der induktiv gekoppelten Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) - Teil 2: Bestimmung von 62 Elementen (ISO 17294-2:2003); Deutsche Fassung EN ISO 17294-2:2004

H_{pH}	Wasserstoff pH-Wert	BZE Level I+II

Nr. D76.1	Matrix	Mess- verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	**Potentio-metrie**	DIN 38404-5	
.4.2	Wässrige Lsg.	**Potentio-metrie**	ISO 10523	
.4.3	Wässrige Lsg.	**Potentio-metrie**	DIN ISO 10390 HBU: 3.5.1a	
.5.1	Salzextrakt	**Potentio-metrie**	DIN ISO 10390 HBU 3.5.1a	
.5.2	Salzextrakt	**Potentio-metrie**	DIN 38404-5	
.5.3	Salzextrakt	**Potentio-metrie**	ISO 10523	

Literatur:

Nr. D76.1	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1984): DIN 38404-5, Ausgabe:1984-01: Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung; Physikalische und physikalisch-chemische Kenngrößen (Gruppe C); Bestimmung des pH-Wertes (C 5)
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1994): ISO 10523, Ausgabe:1994-08: Wasserbeschaffenheit - Bestimmung des pH-Wertes
.4.3	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (2002): DIN ISO 10390, Ausgabe 2002-: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung des pH-Wertes (ISO/DIN 10390:2002)
.5.1	• siehe .4.3
.5.2	• siehe .4.1
.5.3	• siehe .4.2

LF	Leitfähigkeit	BZE Level I+II

Nr. D77.1	Matrix	Mess-verfahren	Norm HBU-Verweis Methode	Anmerkungen
.4.1	Wässrige Lsg.	Leitfähigkeit	DIN EN 27888	Hinweis: Trotz Temperaturkompensation sollte möglichst bei 25°C gemessen werden. Sofern am Gerät einstellbar muss die Steilheit der Temperaturkompensation laufend überprüft werden.
.4.2	Wässrige Lsg.	Leitfähigkeit	DIN ISO 11265 HBU 3.5.3a	Hinweis: Trotz Temperaturkompensation sollte möglichst bei 25°C gemessen werden. Sofern am Gerät einstellbar muss die Steilheit der Temperaturkompensation laufend überprüft werden.

Literatur:

Nr. D77.1	Literatur
.4.1	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1993): DIN EN 27888, Ausgabe:1993-11: Wasserbeschaffenheit; Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit (ISO 7888:1985); Deutsche Fassung EN 27888:1993
.4.2	• Normenausschuß Wasserwesen (NAW) im Dt. Inst. für Normung e.V. [Hrsg.] (1997): DIN ISO 11265, Ausgabe:1997-06: Bodenbeschaffenheit - Bestimmung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit (ISO 11265:1994 + ISO 11265:1994/Corr.1:1996)

Boden Humus Pflanze Wasser	Inhaltsverzeichnis Teil E	BZE

E. Methoden-Codierung

1. Codierung der Probenvorbereitungsmethoden
2. Codierung der Untersuchungsmethoden
3. Codierung der Elementbestimmungsverfahren
3.1 Codierung für das Messverfahren AAS-Flamme
3.1.1 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren AAS-Flamme
3.2 Codierung für das Messverfahren AAS-Graphitrohr
3.2.1 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren AAS-Graphitrohr
3.3 Codierung für das Messverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf
3.3.1 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf
3.4 Codierung für das Messverfahren ICP-AES
3.4.1 Element-spezifische Codierung der Interelementkorrekturen für das Messverfahren ICP-AES
3.4.2 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren ICP-AES
3.5 Codierung für das Messverfahren ICP-MS
3.5.1 Element-spezifische Codierung der Interelementkorrekturen für das Messverfahren ICP-MS
3.5.2 Element-spezifische Codierung der Massenzahlen für das Messverfahren ICP-MS
3.6 Codierung für das Messverfahren RFA
3.7 Codierung für das Messverfahren IC
3.8 Codierung für das Messverfahren Elementaranalyse
3.8.1 Element-spezifische Codierung der Massen für das Messverfahren Elementaranalyse
3.9 Codierung für das Messverfahren Spektrophotometrie
3.9.1 Element-spezifische Codierung der Nachweisreaktionen für das Messverfahren Spektrophotometrie
3.10 Codierung für das Messverfahren Acidimetrie/Alkalimetrie
3.11 Codierung für das Messverfahren pH-Messung
3.12 Codierung für das Messverfahren elektrische Leitfähigkeit
3.13 Codierung für das Messverfahren AES-Flamme
3.13.1 Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren AES-Flamme
3.14 Codierung für das Messverfahren Gas-Volumetrie
3.15 Codierung für das Messverfahren HPLC

3.16 Codierung für das Messverfahren TLC
3.17 Codierung für das Messverfahren GC
3.18 Codierung für das Messverfahren Coulometrie
3.19 Codierung für das Messverfahren Gravimetrie
3.20 Codierung für das Messverfahren Atomfluoreszenzspektrometrie
3.21 Codierung für das Messverfahren Radiometrie
3.22 Codierung für das Messverfahren Ionenselektive Direktpotentiometrie
3.23 Codierung für das Messverfahren Voltametrie
3.24 Codierung für das Messverfahren Invers-Voltamtrie
3.25 Codierung für das Messverfahren Physikalische Techniken
3.26 Codierung für das Messverfahren Summenparameter

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung der Probenvorbereitungsmethoden	BZE

1. Aufbau des Codes für die Probenvorbereitung

Der Code für die Probenvorbereitung umfasst 10 Stellen, mit denen für Boden-, Humus- und Pflanzenproben die Lagerung (1. Stelle), die Trocknung (2. Stelle), die Vorzerkleinerung (3. und 4. Stelle), die Siebung (5. und 6. Stelle)und die Mahlung (7. und 8. Stelle) sowie für Wasserproben die Lagerung (1. Stelle) und die Filtration (9. und 10. Stelle) codiert werden können. Bei Boden-, Humus- und Pflanzenproben werden die Stellen 9 und 10 mit „0“ angegeben, bei Wasserproben die Stellen 2 bis 8.

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Lagerung	Trocknung	Vorzerkleinerung	Vorzerkleinerung	Siebung	Siebung	Mahlung	Mahlung	Filtration	Filtration
	°C	°C	Gerät	Material	Gerät	Maschenweite mm	Gerät	Material	Gerät	Porengröße µm

Codierung einer Boden-, Humus- oder Pflanzenprobe:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Lagerung	Trocknung	Vorzerkleinerung	Vorzerkleinerung	Siebung	Siebung	Mahlung	Mahlung	Filtration	Filtration
	°C	°C	Gerät	Material	Gerät	Maschenweite mm	Gerät	Material	Gerät	Porengröße µm
Codierung									**0**	**0**

Codierung einer Wasserprobe:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	Lagerung	Trocknung	Vorzerkleinerung	Vorzerkleinerung	Siebung	Siebung	Mahlung	Mahlung	Filtration	Filtration
	°C	°C	Gerät	Material	Gerät	Maschenweite mm	Gerät	Material	Gerät	Porengröße µm
Codierung		**0**	**0**	**0**	**0**	**0**	**0**	**0**		

2. Codierungstabellen für die Probenvorbereitungsschritte

a. Codierung der Lagerung

Stelle	1
	Lagerung
Code-Nr.	**°C**
0	keine
1	15 bis 25 °C
2	+ 4 bis + 6 °C
3	- 10 °C
4	- 18 °C
5	unter - 60 °C
6	
7	
8	
9	andere

b. Codierung der Trocknung

Stelle	2
	Trocknung
Code-Nr.	**°C**
0	keine
1	Raumtemp.
2	40 °C
3	60 °C
4	105 °C
5	Gefriertrocknung
6	
7	
8	
9	andere

c. Codierung der Vorzerkleinerung

Stelle	3	4
	Vorzerkleinerung	**Vorzerkleinerung**
Code-Nr.	**Gerät**	**Material**
0	keine	keine
1	Schneidmühle	Edelstahl
2	Backenbrecher	Wolframcarbid
3	Handzerkleinerung	Zirkonoxid
4		Achat
5		Porzellan
6		Titan
7		
8		
9	andere	andere

d. Codierung der Siebung

Stelle	5	6
	Siebung	Siebung
Code-Nr.	Gerät	Maschen-weite mm
0	keine	keine
1	Drahtgewebe DIN ISO 3310/1, Messing	5
2	Drahtgewebe DIN ISO 3310/1,rostfr.Stahl	2
3	Trapezlochung, Deglomerator DIN 19683, rostfr. Stahl	1
4	Trapezlochung, Sonderbeschichtung	0,63
5	Rundlochung, Sonderbeschichtung	0,2
6	Kunststoffsieb	0,1
7		
8		
9	andere	andere

e. Codierung der Mahlung

Stelle	7	8
	Mahlung	Mahlung
Code-Nr.	Gerät	Material
0	keine	keine
1	Schlagmühle	Edelstahl
2	Mörsermühle	Zirkonoxid
3	Kugelmühle	Achat
4	Schwingmühle	Korund
5	Zentrifugalmühle	Wolframcarbid
6	Handmörser	Titan
7		Porzellan
8		Teflon
9	andere	andere

f. Codierung der Filtration

Stelle	9	10
	Filtration	Filtration
Code-Nr.	Gerät	Porengröße µm
0	keine	keine
1	Papierfilter	12-25
2	Membranfilter	4-12
3	Glasfaserfilter	<2
4	Gazefilter	1-3
5		0,45
6		0,2
7		
8		
9	andere	andere

3. Beispiele für Codierungen:

a. Bodenprobe, im Kühlraum bei 4°C gelagert, bei 40 °C getrocknet, mit Bodenmühle mit Trapezlochsieb, 2 mm gesiebt, mit Kugelmühle in Achatbechern gemahlen

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Code	2	2	0	0	3	2	3	3	0	0

b. Wasserprobe, eingefroren gelagert, nach dem Auftauen membranfiltriert mit 0,45 µm

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Code	3	0	0	0	0	0	0	0	2	5

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung der Untersuchungsmethoden	BZE

1. Aufbau des Codes für die Untersuchungsmethode

Der Code für die Untersuchungsmethode umfasst 8 Stellen. Die beiden ersten Stellen werden verwendet, wenn eine im HFA veröffentlichte Untersuchungsmethode angewandt wurde. Die Stellen 3-6 werden für die Codierung anderer Untersuchungsmethoden benutzt. Dabei dienen die Stellen 3 und 4 der Codierung des Probenbehandlungsmediums, die Stellen 5 und 6 der Codierung der Methode oder des verwendeten Gerätes und die Stellen 7 und 8 der Codierung der Endbehandlung.

Es handelt sich jeweils um 2-stellige Codes, die in die 2 Codestellen einzutragen sind.

Falls kein Aufschluss, Extrakt oder irgendeine andere Untersuchungsmethode angewandt wurde, sondern an der Probe nach der Probenvorbereitung direkt eine Elementbestimmung durchgeführt wurde (z.B. C-Bestimmung mit Elementar-analysator), so sind in alle Code-Stellen Nullen einzutragen.

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8
	HFA-Methode		Probenbehand-lungs-Medium		Methode/Gerät		Endbehandlung	

Codierung bei Verwendung einer HFA-Methode:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8
	HFA-Methode		Probenbehand-lungs-Medium		Methode/Gerät		Endbehandlung	
			0	0	0	0	0	0

Codierung bei Verwendung einer anderen Untersuchungsmethode:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8
	HFA-Methode		Probenbehand-lungs-Medium		Methode/Gerät		Endbehandlung	
	0	0						

Codierung bei direkter Elementbestimmung:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8
	HFA-Methode		Probenbehand-lungs-Medium		Methode/Gerät		Endbehandlung	
	0	0	0	0	0	0	0	0

2. Codierungstabellen für die Untersuchungsmethoden

a. Codierung der HFA-Methoden (Stellen 1 u. 2):

Code	HFA-Methode
00	keine
01	A3.1.1.1
02	A3.1.1.2
03	A3.1.1.3
04	A3.1.1.4
05	A3.1.1.5
06	A3.1.1.6
07	A3.1.1.7
11	A3.2.1.1
12	A3.2.1.2
13	A3.2.1.3
14	A3.2.1.4
15	A3.2.1.5
16	A3.2.1.6
17	A3.2.1.7
18	A3.2.1.8
19	A3.2.1.9
20	A3.2.1.10
30	A3.2.2.1
31	A3.2.2.2
32	A3.2.2.3
40	A3.2.3.1
41	A3.2.3.2
42	A3.2.3.3
43	A3.2.3.4
44	A3.2.3.5
50	A3.3.1
51	A3.3.2
52	A3.3.3
53	A3.3.4
54	A3.3.5
70	B3.2.1
71	B3.2.2
80	C2.1.1
81	C2.1.2
82	C2.1.3
90	C2.2.1.1
99	

b. Codierung der Probenbehandlungsmedien (Stellen 3 u. 4):

Code	Probenbehandlungs-Medium
00	kein
01	$BaCl_2$
02	$BaCl_2$-TEA
03	$CaCl_2$
04	CO_2
05	EDTA
06	H_2SO_4/Cu
07	H_2SO_4/H2O2
08	H_2SO_4/Hg
09	$H_2SO_4/K_2Cr_2O_7$
10	H_2SO_4/Se
11	H_2SO_4/Ti-Cu
12	$HClO_4/H_2O_2$
13	$HClO_4/H_2SO_4$
14	HNO_3
15	HNO_3/H_2O_2
16	HNO_3/H_2O_2/HCl
17	HNO_3/H_2O_2/HF
18	HNO_3/H_2SO_4
19	HNO_3/HCl
20	$HNO_3/HClO_4$
21	$HNO_3/HClO_4/CaCl_2$
22	$HNO_3/HClO_4/H_2O_2$
23	$HNO_3/HClO_4/H_2SO_4$
24	$HNO_3/HClO_4$/HCl
25	$HNO_3/HClO_4$/HF
26	HNO_3/HF
27	K_2SO_4
28	KCl
29	$KHSO_4$
30	Luft
31	Na-Dithionit
32	Na-Pyrophosphat
33	NH_4-Acetat
34	NH_4Cl
35	NH_4NO_3
36	NH_4-Oxalat
37	Oxalsäure
38	Sauerstoff
39	$SrCl_2$
40	Wasser
41	Citronensäure
42	CsCl
43	Sequenziell $BaCl_2/MgCl_2$
44	Sequenziell $BaCl_2$/HCl
99	

c. Codierung der Methode oder des Geräts (Stellen 5 u. 6):

Code	Methode/Gerät
00	kein
01	Calorimetrische Bombe
02	Druckbombe
03	Hochdruckpresse
04	Kjeldahl-Aufschluss
05	Mikrowellengerät (offen)
06	Mikrowellengerät (Druck)
07	Muffelofen-Veraschung
08	Offener Aufschluß
09	Offener Aufschluß mit Rückfluss
10	Perkolation
11	Rückflußdestillation
12	Schmelzaufschluss
13	Schöniger-Veraschung
14	Schüttler (horizontal)
15	Schüttler (Überkopf)
16	Sequentielle Extraktion
17	Soxhlet-Extraktor
18	Superkritische Extraktion
19	Trockenschrank
20	Ultraschall
21	Wickbold-Aufschluss
22	UV-Aufschluss
23	Unterdruck-Filtration
99	

d. Codierung der Endbehandlung (Stellen 7 u. 8):

Code	Endbehandlung
00	keine
01	Filtration durch Membranfilter
02	Filtration durch Papierfilter
03	Zentrifugation
04	Abrauchen, Aufnahme mit HCl
05	Abrauchen, Aufnahme mit HNO_3
06	Auflösen in H_2O
99	

3. Beispiele für Codierungen:

a. An einer Bodenprobe wurde die Ake-Bestimmung mit Ammoniumchlorid-Perkolation nach BZE-Vorschrift, HFA A3.2.1.1 durchgeführt

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8
Code	1	1	0	0	0	0	0	0

b. Eine Bodenprobe wurde mit HNO_3/HF/$HClO_4$ im Druckaufschlussgefäß aufgeschlossen und anschließend abgeraucht und mit HNO_3 aufgenommen

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8
Code	0	0	2	5	0	2	0	5

c. Eine Bodenprobe wurde direkt mit einem Elementaranalysator auf ihren N-Gehalt untersucht

Stelle	1	2	3	4	5	6	7	8
Code	0	0	0	0	0	0	0	0

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung der Elementbestimmungsverfahren	BZE

1. Aufbau des Codes für die Elementbestimmungsverfahren

Der Code für die Elementbestimmungsverfahren umfasst 7 Stellen. Die beiden ersten Stellen werden verwendet, um das verwendete Messverfahren mit einem 2-stelligen Code zu benennen. Die weiteren 5 Stellen sind spezifische Codes für das jeweilige Messverfahren, mit denen Einzelheiten der jeweiligen Verfahrensanwendung beschrieben werden Davon können die 4. und 5. Stelle zusätzlich element-spezifisch codiert sein.

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	Mess-verfahren		Kriterium 1 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 2 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 3 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 4 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)	Kriterium 5 des Verfahrens (verfahrens-spezifisch)
						ev. zusätzlich element-spezifisch	ev. zusätzlich element-spezifisch

2. Codierungstabelle für die Messverfahren

Code	Messverfahren
01	AAS-Flamme
02	AAS-Graphitrohr
03	AAS-Hydrid/Kaltdampf
04	ICP-AES
05	ICP-MS
06	RFA
07	IC
08	Elementaranalyse
09	Spektrophotometrie
10	Acidimetrie/Alkalimetrie
11	pH-Messung
12	Elektrische Leitfähigkeit
13	AES-Flamme
14	Gas-Volumetrie
15	HPLC
16	TLC
17	GC
18	Coulometrie
19	Gravimetrie
20	Atomfluoreszenzspektrometrie

(Fortsetzung nächste Seite)

Code	Messverfahren
21	Radiometrie
22	Potentiometrie
23	Voltametrie
24	Invers-Voltametrie
25	Physikalische Techniken
26	Summenparameter
99	

3. Beispiel für Codierung:

Ein Ca-Messwert wurde mittels ICP-AES ermittelt. Es wurde am ICP mit axialem Plasma und Cross-Flow-Zerstäuber gemessen. Als interner Standard wurde Sc verwendet. Die Wellenlänge war 317.933 nm; eine Interelement-Korrektur fand nicht statt.

(die Codes für Verfahrenskriterien 1-5 für das Verfahren ICP-AES sind dem Kapitel E3.4 zu entnehmen)

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
Code	**0**	**4**	**2**	**1**	**2**	**0**	**1**

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren AAS-Flamme	BZE

1. Aufbau des Codes für AAS-Flamme

Wenn das Messverfahren AAS-Flamme ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	AAS-Flamme		Gase	Zerstäuber	Untergrund-Korrektur	Additiv	Wellenlänge
	0	1					(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Messverfahren AAS-Flamme

a. Gase

Stelle	3
Code-Nr.	Gase
0	
1	Luft / Acetylen
2	Lachgas / Acetylen
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Zerstäuber

Stelle	4
Code-Nr.	Zerstäuber
0	
1	ohne Prallkugel
2	mit Prallkugel
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

c. Untergrundkorrektur

Stelle	5
Code-Nr.	**Untergrundkorrektur**
0	keine
1	über Kontinuumsstrahler (z.B. D2)
2	über Zeeman-Effekt
3	über HKL-Hochstrompulse
4	strukturierter Untergrund
5	
6	
7	
8	
9	andere

d. Additiv

Stelle	6
Code-Nr.	**Additiv**
0	kein
1	Ionisationspuffer (z.B. CsCl)
2	Befreiungsagens (z.B. $LaCl_3$)
3	Ionisationspuffer + Befreiungsagens
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

e. Wellenlänge

Stelle	7
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E3.1.1

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Wellenlänge für das Messverfahren AAS-Flamme	BZE

Die Wellenlänge ist an Stelle 7 des 7-stelligen Codes für das Messverfahren AAS-Flamme anzugeben (siehe E3.1)

Element	Al	Ba	Pb	Cd	Ca	Cr	Co	Fe
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge
0	309,3	553,6	283,3	228,8	422,7	357,9	240,7	248,3
1			217,0		553,6			
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	K	Cu	Mg	Mn	Na	Ni	Si	Zn
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge
0	766,5	324,7	285,2	279,5	589,0	232,0	251,6	213,9
1	769,9			279,8				
2				280,1				
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren AAS-Graphitrohr	BZE

1. Aufbau des Codes für AAS-Graphitrohr

Wenn das Messverfahren AAS-Graphitrohr ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	AAS-Graphitrohr		Proben-zufuhr	Graphitrohr	Untergrund-Korrektur	Additiv	Wellenlänge
	0	2					(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Messverfahren AAS-Graphitrohr

a. Probenzufuhr

Stelle	3
Code-Nr.	Probenzufuhr
0	
1	flüssig
2	fest
3	aufgeschlämmt
4	gas- od. dampfförmig
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Graphitrohr

Stelle	4
Code-Nr.	Graphitrohr
0	
1	Normalrohr
2	Pyrokohlenstoff-Rohr
3	Plattformrohr normal
4	Pyrokohlenstoff-Plattformrohr
5	
6	
7	
8	
9	andere

c. Untergrundkorrektur

Stelle	5
Code-Nr.	**Untergrundkorrektur**
0	keine
1	über Kontinuumsstrahler (z.B. D_2)
2	über Zeeman-Effekt
3	über HKL-Hochstrompulse (Smith-Hieftje)
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

d. Additiv

Stelle	6
Code-Nr.	**Additiv**
0	kein
1	Pd-Modifier
2	$Mg(NO_3)_2$-Modifier
3	Pd + $Mg(NO_3)_2$-Modifier
4	Pd + $NH4NO_3$-Modifier
5	Pd + Ni-Nitrat-Modifier
6	$NH_4H_2PO_4$-/$(NH_4)_2HPO_4$-Modifier
7	$Mg(NO_3)_2$ + $NH_4H_2PO_4$-Modiefier
8	Coating elementspezifisch
9	andere

e. Wellenlänge

Stelle	7
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E3.2.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Wellenlänge für das Messverfahren AAS-Graphitrohr	BZE

Die Wellenlänge ist an Stelle 7 des 7-stelligen Codes für das Messverfahren AAS-Graphitrohr anzugeben (siehe E3.2)

Element	As	Pb	Cd	Cr	Co	Cu	Mo	Ni
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge
0	193,7	283,3	228,8	357,9	240,7	324,7	313,3	232,0
1	197,2	217,0			241,2			
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Zn
Code-Nr.	Wellen-länge
0	213,9
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf	BZE

1. Aufbau des Codes für AAS-Hydrid/Kaltdampf

Wenn das Messverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	AAS-Hydrid/ Kaltdampf		Proben-zufuhr	Reduktions-mittel	Untergrund-Korrektur	Anreiche-rung	Wellenlänge
	0	3					(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Messverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf

a. Probenzufuhr

Stelle	3
Code-Nr.	Probenzufuhr
0	
1	FI-System
2	CF-System
3	Batch-System
4	thermokatalytisch
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Reduktionsmittel

Stelle	4
Code-Nr.	Reduktionsmittel
0	
1	Natriumborhydrid
2	Zinn-(2)-chlorid
3	nascierender Wasserstoff
4	elektrochemisch
5	
6	
7	
8	
9	andere

c. Untergrundkorrektur

Stelle	5
Code-Nr.	**Untergrundkorrektur**
0	keine
1	über Kontinuumsstrahler (z.B. D2)
2	über Zeeman-Effekt
3	über HKL-Hochstrompulse (Smith-Hieftje)
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

d. Anreicherung

Stelle	6
Code-Nr.	**Anreicherung**
0	keine
1	über Amalgam
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

e. Wellenlänge

Stelle	7
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E3.2.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Wellenlänge für das Messverfahren AAS- Hydrid/Kaltdampf	BZE

Die Wellenlänge ist an Stelle 7 des 7-stelligen Codes für das Messverfahren AAS-Hydrid/Kaltdampf anzugeben (siehe E3.3)

Element	As	Hg
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge
0	193,7	253,7
1	197,2	
2	189,0	
3		
4		
5		
6		
7		
8		
9	andere	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren ICP-AES	BZE

1. Aufbau des Codes für ICP-AES

Wenn das Messverfahren ICP-AES ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	ICP-AES		Plasma	Zerstäuber	Interner Standard	Interelement-korrektur	Wellenlänge
	0	4				element-spezifisch)	(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Messverfahren ICP-AES

a. Plasma

Stelle	3
Code-Nr.	Plasma
0	
1	radial
2	axial
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Zerstäuber

Stelle	4
Code-Nr.	Zerstäuber
0	
1	Cross flow Zerstäuber
2	Meinhard Zerstäuber
3	Ultraschallzerstäuber
4	V-Spalt-Zerstäuber (Babington)
5	Cone-Spray-Zersäuber
6	Parallelpfad-Zerstäuber (MiraMist)
7	
8	
9	andere

c. interner Standard

Stelle	5
Code-Nr.	**interner Standard**
0	keiner
1	Y
2	Sc
3	La
4	Yb
5	Rb
6	Pd
7	
8	
9	andere

d. Interelementkorrektur

Stelle	6
Code-Nr.	**Interelement-Korrektur**
	Element-spezifisch! (siehe Kapitel E3.4.1)

e. Wellenlänge

Stelle	7
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E3.4.2)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Interelementkorrektur für das Messverfahren ICP-AES	BZE

Die Interelementkorrektur ist an Stelle 6 des 7-stelligen Codes für das Messverfahren ICP-AES anzugeben (siehe E3.4)

Element	Al	As	Ba	Pb	B	Cd	Ca	Cr
Code-Nr.	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur
0	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine
1	Mn	Fe	Fe	Al	Fe	Fe	Fe	Fe
2	Fe	Al	V	Co	Cr	As	Co	Mo
3	Mo	Mo	Fe, V	Fe	Al	Co	V	Mn
4	Cu	Cr		Ti	Mo	Ni	Ti	V
5	V	Fe, Al		Al, Fe	Fe, Cr	As, Co	Fe, V	Fe, Mo
6	Mn, Fe	Al, Mo		Al, Ti	Al, Mo	As, Ni		Mn, V
7	Mo, Cu	Al, Cr, Mo		Al, Fe, Ti		As, Co, Ni		Co, Ni
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Co	Fe	K	Cu	Mg	Mn	Mo	Na
Code-Nr.	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur
0	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine
1	Ti	Co	Mg	Ti	Fe	Fe	Al	Ar
2	Ni	Mn	Ar	Fe		Mo	Fe	
3	Fe		Mg, Ar	Mn		Cr	Al, Fe	
4	Ba			Mo		Al		
5	Ti, Fe			Ti, Fe		Fe, Mo		
6	Ti, Ba			Mn, Mo		Al, Fe		
7	Fe, Ti, Ba							
8	Ti, Ni							
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Ni	P	S	Si	Sr	Ti	Zn	Zr
Code-Nr.	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur	Inter-element-korrektur
0	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine
1	Co	Cu	Cr		P	Ca	Cr	
2	Fe	Fe	Mo			Cr	Cu	
3	Mn	Mo	Ca			Si	Ni	
4	Fe, Mn	Al	Cr, Mo			Co	Fe	
5		Mg	Sorg/Corg			Fe	Cu, Fe	
6		Fe, Mo				Ca, Si	Cu, Ni, Fe	
7		Al, Mg				Co, Cr	Ti	
8						Ca, Cr, Si	Ti, Fe, Ni	
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Wellenlänge für das Messverfahren ICP-AES	BZE

Die Wellenlänge ist an Stelle 7 des 7-stelligen Codes für das Messverfahren ICP-AES anzugeben (siehe E3.4)

Element	Al	As	Ba	Pb	B	Cd	Ca	Cr
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge
0	308,215	193,696	233,527	220,353	249,678	214,438	315,887	205,552
1	396,152	197,197	455,403	283,306	208,959	226,502	317,933	267,716
2	167,081	189,042	493,409		249,773	228,802	393,366	283,563
3	226,910	193,759	313,042				318,128	284,325
4	237,312		234,861				370,603	
5	257,510		313,107				396,847	
6	266,039		230,425				422,673	
7	309,271		234,757				430,253	
8	394,401		413,065				616,217	
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Co	Fe	K	Cu	Mg	Mn	Mo	Na
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge
0	228,616	259,940	766,49	324,754	279,079	257,610	202,030	589,592
1	230,786	238,200	769,90	327,396	279,553	293,306	204,598	588,995
2	267,716	216,677		223,008	285,213	259,373	203,844	330,237
3		234,349			257,610	260,569		
4		240,488			277,983	279,482		
5		271,441			280,270	294,928		
6		273,955			383,230			
7		259,837						
8		248,815						
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Ni	P	S	Si	Sr	Ti	Zn	Zr
Code-Nr.	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge	Wellen-länge
0	231,604	178,287	182,036	251,612	407,771	334,941	206,191	343,823
1	227,021	213,618	180,669	212,412	421,552	336,121	213,856	354,262
2	341,476	214,914	180,731	288,158	460,733	337,280	202,505	339,198
3		177,428	181,972		215,284	368,520	334,501	
4		177,440	182,624		346,446	330,188	339,198	
5		185,943				338,376		
6						338,576		
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren ICP-MS	BZE

1. Aufbau des Codes für ICP-MS

Wenn das Messverfahren ICP-MS ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	ICP-MS		Massen-selektierung	Proben-zufuhr	Interner Standard	Interelement-korrektur	Massenzahl
	0	5				(element-spezifisch)	(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Messverfahren ICP-MS

a. Massenselektierung

Stelle	3
Code-Nr.	Massenselektierung
0	
1	Quadrupol
2	Quadrupol m. Reaktionszelle (DRC)
3	Quadrupol m. Kollisionszelle (CC)
4	Magnetsektorfeld
5	Magnet-/Elektrosektorfeld (Doppelfokus)
6	Time of Flight
7	
8	
9	andere

b. Probenzufuhr

Stelle	4
Code-Nr.	Probenzufuhr
0	
1	flüssig
2	flüssig m. Ultraschallzerstäubung
3	gas- od. dampfförmig (z.B. ETV od. LA)
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

c. interner Standard

Stelle	5
Code-Nr.	Interner Standard
0	keiner
1	Fremdelement
2	Isotopenmischung
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

d. Interelementkorrektur

Stelle	6
Code-Nr.	Interelementkorrektur
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E3.5.1)

e. Massenzahl

Stelle	7
Code-Nr.	Massenzahl
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E3.5.2)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Interelementkorrektur für das Messverfahren ICP-MS	BZE

Die Interelementkorrektur ist an Stelle 6 des 7-stelligen Codes für das Messverfahren ICP-MS anzugeben (siehe E3.5)

Element	Al	As	Ba	Pb	B	Cd	Ca	Cr
Code-Nr.	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur
0	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine
1		Se77				Sn118		C13
2		Kr82						
3		Se77,Kr82						
4								
5								
6								
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Co	Fe	K	Cu	Mg	Mn	Mo	Na
Code-Nr.	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur
0	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine
1	Ca43						Ru101	
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Ni	P	Hg	S	Si	Sr	Ti	Zn
Code-Nr.	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur	Interelement-korrektur
0	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine	keine
1	Ca43							
2	Fe54							
3	Ca43, Fe54							
4								
5								
6								
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Zr
Code-Nr.	**Inter-element-korrektur**
0	keine
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Massenzahl für das Messverfahren ICP-MS	BZE

Die Massenzahl ist an Stelle 7 des 7-stelligen Codes für das Messverfahren ICP-MS anzugeben (siehe E3.5)

Element	Al	As	Ba	Pb	B	Cd	Ca	Cr
Code-Nr.	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl
0	27	75	138	208	11	111	43	52
1			137	207	10	114	44	53
2				206				
3				208,207				
4				207,206				
5				208, 206				
6				208,207,206				
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Co	Fe	K	Cu	Mg	Mn	Mo	Na
Code-Nr.	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl
0	59	54	39	63	24	55	98	23
1			41	65	25		95	
2								
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Ni	P	Hg	S	Si	Sr	Ti	Zn
Code-Nr.	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl	Massen-zahl
0	60	31	200	33	22	88	48	66
1	58		202	34		86	50	64
2							46	68
3								
4								
5								
6								
7								
8								
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Element	Zr
Code-Nr.	**Massen-zahl**
0	94
1	92
2	90
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren RFA	BZE

1. Aufbau des Codes für RFA

Wenn das Messverfahren RFA ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	RFA		Gerätetyp	Art des Mess-präparats	Kalibrier-proben	Entfällt!	Entfällt!
	0	5				0	0

2. Codierungstabellen für das Messverfahren RFA

a. Gerätetyp

Stelle	3
Code-Nr.	Gerätetyp
0	
1	wellenlängendispersive RFA
2	energiedispersive RFA
3	Totalreflexions-RFA
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Art des Messpräparats

Stelle	4
Code-Nr.	Art des Messpräparats
0	
1	Schmelztablette
2	Pulver-Pressling
3	Pulver-Pressling mit Wachs
4	Schüttung
5	Probenträger mit getr. Aliquot v. Totalaufschluss mit IS
6	Suspension
7	
8	
9	andere

c. Kalibrierproben

Stelle	5
Code-Nr.	Kalibrierproben
0	
1	zertifiziertes Referenzmaterial (CRM)
2	nicht zertifizierte Standardproben
3	synthetisch hergestellte Standardproben
4	Vorkalibrierung durch Hersteller; Verwendung von IS
5	
6	
7	
8	
9	andere

d. entfällt

Stelle	6
Code-Nr.	Entfällt !
0	„0“ eintragen !

e. entfällt

Stelle	7
Code-Nr.	Entfällt !
0	„0“ eintragen !

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren IC	BZE

1. Aufbau des Codes für IC

Wenn das Messverfahren Ionenchromatographie ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	IC		Trennungs-prinzip	Detektion	Eluent	Probenvor-behandlung	Kalibration
	0	7					

2. Codierungstabellen für das Messverfahren IC

a. Trennungsprinzip

Stelle	3
Code-Nr.	Trennungsprinzip
0	
1	Ionenaustausch-Chromatographie
2	Ionenausschluss-Chromatographie
3	Ionenpaar-Chromatographie
4	Reverse-Phase-Chromatographie
5	IC mit Vorsäulenderivatisierung
6	
7	
8	
9	andere

b. Detektion

Stelle	4
Code-Nr.	Detektion
0	
1	direkte UV-Detektion
2	indirekte UV-Detektion
3	Leitfähigkeitsdetektion ohne Suppr.
4	Leitfähigkeitsdetektion mit Suppr.
5	
6	
7	
8	
9	andere

c. Eluent

Stelle	5
Code-Nr.	**Eluent**
0	
1	$Na2CO_3/NaHCO_3$
2	H_2SO_4
3	Phtalsäure-Puffer-System
4	HNO_3
5	KOH
6	NaOH
7	
8	
9	andere

d. Probenvorbehandlung

Stelle	6
Code-Nr.	**Probenvorbehandlung**
0	keine
1	Membranfiltration
2	C-18-Adsorber
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

e. Kalibration

Stelle	7
Code-Nr.	**Kalibration**
0	
1	linear
2	nichtlinear
3	Standard-Addition
4	Interner Standard
5	
6	
7	
8	
9	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren Elementaranalyse	BZE

1. Aufbau des Codes für Elementaranalyse

Wenn das Messverfahren Elementaranalyse ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	Elementar-analyse		Gerätetyp	Detektion	Temperatur-modus	Katalysator	Masse
	0	8					(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Messverfahren Elementaranalyse

a. Gerätetyp

Stelle	3
Code-Nr.	Gerätetyp
0	
1	Feststoffanalysator (Direktmessung)
2	Flüssiganalysator (Direktmessung
3	Feststoffanalysator (Differenzmessung)
4	Flüssiganalysator (Differenzmessung)
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Detektion

Stelle	4
Code-Nr.	Detektion
0	
1	IR
2	WLD
3	Chemolumineszenz
4	Atomemission
5	Coulometrische Detektion
6	Colorimetrie
7	Atomfluoreszenz
8	Massenspektrometrie
9	andere

c. Temperaturmodus

Stelle	5
Code-Nr.	**Temperaturmodus**
0	
1	dynamisch
2	statisch <100°C
3	statisch < 550°C
4	statisch <1000°C
5	statisch <1400°C
6	Laserverdampfung
7	
8	
9	andere

d. Katalysator

Stelle	6
Code-Nr.	**Katalysator**
0	keiner
1	CuO/Cu (DUMAS)
2	Pt
3	Co_2O_3
4	Cr_2O_3
5	WO_3
6	V_2O_5
7	Pt/CuO
8	Cu/WO_3
9	andere

e. Masse

Stelle	7
Code-Nr.	**Masse**
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E3.8.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Massen für das Messverfahren Elementaranalyse	BZE

Die Massenzahl ist an Stelle 7 des 7-stelligen Codes für das Messverfahren Elementaranalyse anzugeben (siehe E3.8)

Element	C	N	S
Code-Nr.	**Masse**	**Masse**	**Masse**
0	keine	keine	keine
1	12	14	32
2	13	15	34
3			
4			
5			
6			
7			
8			
9	andere	andere	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren Spektrophotometrie	BZE

1. Aufbau des Codes für Spektrophotometrie

Wenn das Messverfahren Spektrophotometrie ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	Spektro-photometrie		Verfahren	Probenvor-behandlung	Kalibrierung	Drift-korrektur	Nachweis-reaktion
	0	9					(element-spezifisch)

2. Codierungstabellen für das Messverfahren Spektrophotometrie

a. Verfahren

Stelle	3
Code-Nr.	Verfahren
0	
1	Batch
2	CFA
3	FIA
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Probenvorbehandlung

Stelle	4
Code-Nr.	Probenvorbehandlung
0	keine
1	Online-Dialyse
2	Online-Gasdiffusion
3	Online-UV-Aufschluss
4	Online-Ionenaustausch
5	Extraktion
6	Online-Dialyse u. Online-UV-Aufschluss
7	Online-Dialyse u. Online-Ionenaustausch
8	Offline-Aufschluss
9	andere

c. Kalibrierung

Stelle	5
Code-Nr.	Kalibrierung
0	
1	linear
2	invers-linear
3	quadratisch
4	invers-quadratisch
5	kubisch
6	Standard-Addition
7	
8	
9	andere

d. Driftkorrektur

Stelle	6
Code-Nr.	Driftkorrektur
0	keine
1	statisch
2	dynamisch
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

e. Nachweisreaktion/Wellenlänge

Stelle	7
Code-Nr.	Nachweisreaktion/Wellenlänge
	Element-spezifisch ! (siehe Kapitel E3.9.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Nachweisreaktionen für das Messverfahren Spektrophotometrie	BZE

1. Cl

Stelle	7
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Quecksilberthiocyanat / 480 nm
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

2. P-PO_4

Stelle	7
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Molybdänblau / 580 nm
1	Molybdänblau / 700 nm
2	Molybdänblau / 880 nm
3	Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure/Kalium-Antimontartrat ("P-Blau") / 650 nm
4	Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure/Kalium-Antimontartrat ("P-Blau") / 700 nm
5	Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure/Kalium-Antimontartrat ("P-Blau") / 880 nm
6	Ammoniummolybdat/Ascorbinsäure ("P-Blau") / 660 nm
7	Ammoniummolybdat/Ammoniumvanadat ("P-Gelb") / 410 nm
8	
9	andere

3. S-SO_4

Stelle	7
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Ba-Methylthymolblau / 460 nm
1	Ba-Methylthymolblau / 620 nm
2	Ba-Methylthymolblau mit Blindkanal Ca-Methylthymolblau / 460 nm
3	Bariumsulfat-Fällung mit Gelantine/Polyvinylakohol
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

4. Si-SiO_4

Stelle	7
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Ammoniummolybdat/Tartrat/Zinnchlorid / 810 nm
1	Ammoniummolybdat/Tartrat/Zinnchlorid / 820 nm
2	Ammoniummolybdat/Oxalat / 330 nm
3	Ammoniummolybdat/Oxalat / 400-420 nm
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

5. N_{ges}

Stelle	7
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid//Reduktor Cadmium/Kupfer / 543 nm
1	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Reduktor Hydrazin-Sulfat / 543 nm
2	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid//Reduktor Cadmium/Kupfer / 520-560 nm
3	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Reduktor Hydrazin-Sulfat / 520-560 nm
4	Sulfosalycilsäure / 410-420 nm
5	2,6-Dimethylphenol (2,6 Xylenol) / 324 nm
6	
7	
8	
9	andere

6. N-NH_4

Stelle	7
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Indophenolblau / 630 nm
1	Indophenolblau / 650-660 nm
2	Indophenolblau / 692 nm
3	Indikator (Tecator^R Mix) nach Gasdiffusion in sauer gepufferte Indikator-Lsg. / 590 nm
4	Thymol / 630 nm
5	Thymol / 670 nm
6	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Natriumhypochlorid / 540 nm
7	Monochlor-Isocyanursäure / 540 nm
8	
9	andere

7. $N\text{-}NO_3$

Stelle	7
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid//Reduktor Cadmium/Kupfer / 543 nm
1	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Reduktor Hydrazin-Sulfat / 543 nm
2	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid//Reduktor Cadmium/Kupfer / 520-560 nm
3	Sulfanilamid/N-(1-naphtyl)ethlendiamindichlorid/Reduktor Hydrazin-Sulfat / 520-560 nm
4	Sulfosalycilsäure / 410-420 nm
5	2,6-Dimethylphenol (2,6 Xylenol) / 324 nm
6	Direktmessung nach Red. mit Zn/Cu bei 210 nm
7	Direktmessung nach Red. mit Cd/Cu bei 210 nm
8	
9	andere

8. $C\text{-}C_{org}$

Stelle	7
Code-Nr.	Nachweisreaktion
0	Oxidation zu CO_2 u. Messung Farbumschlag mit Borsäure/Thymolblau-Na-salz / 440nm
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren Acidimetrie/Alkalimetrie	BZE

1. Aufbau des Codes für Acidimetrie/Alkalimetrie

Wenn das Messverfahren Acidimetrie/Alkalimetrie ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	Acidimetrie/ Alkalimetrie		Endpunkts-erkennung	Titration	End-pH-Wert(e)	Titriermittel	Elektrode
	1	0					

2. Codierungstabellen für das Messverfahren Acidimetrie/Alkalimetrie

a. Trennungsprinzip

Stelle	3
Code-Nr.	Endpunktserkennung
0	
1	optisch (Indikator)
2	definierter Endpunkt
3	zwei Äquivalenzpunkte
4	vier Äquivalenzpunkte
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Titration

Stelle	4
Code-Nr.	Titration
0	
1	manuell, Zweipunktkalibrierung
2	Titriergerät, Zweipunktkalibrierung, dynamische Titriermittelzugabe
3	Titriergerät, Zweipunktkalibrierung, Titriermittelzugabe in konstanten Schritten
4	Titriergerät, Mehrpunktkalibrierung, dynamische Titriermittelzugabe
5	Titriergerät, Mehrpunktkalibrierung, Titriermittelzugabe in konstanten Schritten
6	
7	
8	
9	andere

c. End-pH-Wert(e)

Stelle	5
Code-Nr.	**End-pH-Wert(e)**
0	
1	4,3
2	5,2
3	6
4	7,8
5	8,2
6	4,2 + 4,5
7	Gran-Titration
8	4,5
9	andere

d. Titriermittel

Stelle	6
Code-Nr.	**Titriermittel**
0	
1	NaOH 0,02 m
2	NaOH 0,05 m
3	NaOH 0,1 m
4	HCl 0,1 m
5	Elektrochemische Reagenzerzeugung
6	HCl 0,01 m
7	
8	
9	andere

e. Elektrode

Stelle	7
Code-Nr.	**Elektrode**
0	Einstabmesskette, Keramikdiaphragma
1	Einstabmesskette, Platindiaphragma
2	Einstabmesskette, Schliffdiaphragma
3	Einstabmesskette, mit Temperaturfühler, Keramikdiaphragma
4	Einstabmesskette, mit Temperaturfühler, Platindiaphragma
5	Einstabmesskette, mit Temperaturfühler, Schliffdiaphragma
6	
7	
8	andere
9	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren pH-Messung	BZE

1. Aufbau des Codes für pH-Messung:

Wenn das Messverfahren pH-Messung ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	pH-Messung		Elektrode	Dia-phragma	Temp.-Kompen-sation	Eichung	Entfällt!
	1	1				0	0

2. Codierungstabellen für das Messverfahren pH-Messung:

a. Elektrode

Stelle	3
Code-Nr.	Elektrode
0	Einstabelektrode Glas, Ag/AgCl
1	Einstabelektrode Glas, $Hg/HgCl_2$
2	Einstabelektrode Glas, Gelelektrode
3	Glaselektrode + Referenzelektrode Ag/AgCl o. Brücke
4	Glaselektrode + Referenzelektrode Ag/AgCl m. Brücke
5	Glaselektrode + Referenzelektrode $Hg/HgCl_2$ o. Brücke
6	Glaselektrode + Referenzelektrode $Hg/HgCl_2$ m. Brücke
7	ISFET-Elektrode
8	
9	andere

b. Diaphragma

Stelle	4
Code-Nr.	Diaphragma
0	Keramikstift
1	Keramikring
2	lösbarer Schliff
3	Festschliff
4	Platin
5	Faser
6	Rohr

7	Loch (offene Verbindung)
8	
9	andere

c. Temp.-Kompensation

Stelle	**5**
Code-Nr.	**Temp. Kompensation**
0	keine
1	thermostatisiert auf 25 ° C
2	berechnet auf 25 ° C
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

d. Eichung

Stelle	**6**
Code-Nr.	**Kalibrierung**
0	keine
1	1-Punkt
2	2-Punkt sauer
3	2-Punkt alkalisch
4	3-Punkt
5	
6	
7	
8	
9	andere

e. entfällt

Stelle	**7**
Code-Nr.	**Entfällt!**
0	„0“ eintragen !

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren elektrische Leitfähigkeit	BZE

1. Aufbau des Codes für elektrische Leitfähigkeit:

Wenn das Messverfahren Leitfähigkeit ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	Elektr. Leit-fähigkeit		Messver-fahren	Zellkon-stante	Temp.-Kompen-sation	Entfällt!	Entfällt!
	1	2				0	0

2. Codierungstabellen für das Messverfahren elektrische Leitfähigkeit:

a. Messverfahren

Stelle	3
Code-Nr.	Messverfahren
0	
1	diskontinuierlich
2	Durchfluss
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Zellkonstante

Stelle	4
Code-Nr.	Zellkonstante
0	nicht bekannt
1	0 - <0.4 cm^{-1}
2	0.4 - <0.8 cm^{-1}
3	0.8 - <1.5 cm^{-1}
4	1.5 - <2.5 cm^{-1}
5	2.5 - <11 cm^{-1}
6	9 - <11 cm^{-1}
7	11 - >11 cm^{-1}

8	
9	andere

c. Temp.-Kompensation

Stelle	**5**
Code-Nr.	**Temp.-Kompensation**
0	keine
1	thermostatisiert auf 25°C
2	berechnet auf 25°C
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

d. entfällt

Stelle	**6**
Code-Nr.	**Entfällt!**
	„0“ eintragen !

e. entfällt

Stelle	**7**
Code-Nr.	**Entfällt!**
	„0“ eintragen !

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren AES-Flamme (Flammenfotometrie)	BZE

3. Aufbau des Codes für AES-Flamme

Wenn das Messverfahren AES-Flamme ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	AES-Flamme		Gase	Brenner/ Zerstäuber-systeme	Optik	Interferenz-behebung	Wellen-länge
	1	3					Element-spezifisch !

4. Codierungstabellen für das Messverfahren AES-Flamme

a. Gase

Stelle	3
Code-Nr.	Gase
0	Luft / Acetylen
1	Luft / Propan
2	Lachgas/ Acetylen
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Brenner / Zerstäubersysteme

Stelle	4
Code-Nr.	Brenner / Zerstäubersysteme
0	Mischkammerbrenner / pneum. Zerstäuber mit Prallfläche (Flügelrad)
1	Mischkammerbrenner / pneum. Zerstäuber mit Prallkugel
2	Turbulenzbrenner (Direktzerstäuber)
3	
4	
5	
6	
7	

8	
9	andere

c. Untergrundkorrektur

Stelle	**5**
Code-Nr.	**Optik**
0	Filtermonochromator
1	Gittermonochromator
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

d. Interferenzbehebung

Stelle	**6**
Code-Nr.	**Interferenzenbehebung**
0	keine
1	Ionisationspuffer
2	Befreiungsagenz
3	Ionisationspuffer + Befreiungsagenz
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

e. Wellenlänge

Stelle	**7**
Code-Nr.	**Wellenlänge**
	Elementspezifisch ! (siehe Kapitel E3.13.1)

Boden Humus Pflanze Wasser	Element-spezifische Codierung der Wellenlängen für das Messverfahren AES-Flamme	BZE

Die Wellenlänge ist an Stelle 7 des 7-stelligen Codes für das Messverfahren AES-Flamme anzugeben (siehe E3.13)

Element	Ba	Ca	K	Mg	Na	Sr
Code-Nr.						
0	553,6	422,7	766,5	285,2	589,0	460,7
1						
2						
3						
4						
5						
6						
7						
8						
9	andere	andere	andere	andere	andere	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren Gasvolumetrie	BZE

1. Aufbau des Codes für Gasvolumetrie:

Wenn das Messverfahren Gasvolumetrie ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	Gas-Volumetrie		Kalibrierung	Korrektur	Säure/ Konzentration	Behandlung	Messverfahren
	1	4					

2. Codierungstabellen für das Messverfahren Gasvolumetrie

a. Kalibrierung

Stelle	3
Code-Nr.	Kalibrierung
0	keine
1	$CaCO_3$
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Korrektur

Stelle	4
Code-Nr.	Korrektur
0	keine
1	Luftdruck und Temperatur
2	Luftdruck
3	Temperatur
4	
5	
6	
7	

8	
9	andere

c. Säure/ Konzentration

Stelle	**5**
Code-Nr.	**Säure/ Konzentration**
0	
1	HCl; 6 %
2	HCl; 10 %
3	HCl; 18 %
4	H_2SO_4; 20 %
5	H_3PO_4; 30 %
6	$HClO_4$; 20 %
7	
8	
9	andere

d. Behandlung

Stelle	**6**
Code-Nr.	**Behandlung**
0	keine
1	Schütteln / Rühren, bis 30 min
2	Schütteln / Rühren, über 30 min
3	Sieden
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

e. Messverfahren

Code-Nr.	**Behandlung**
0	Volumenmessung
1	Druckmessung
2	
3	
4	
5	
6	
7	

8	
9	andere

Boden Humus Pflanze Wasser	Codierung für das Messverfahren ionenselektive Direktpotentiometrie	BZE

1. Aufbau des Codes für ionenselektive Direktpotentiometrie:

Wenn das Messverfahren ionenselektive Direktpotentiometrie ist, so gelten folgende Codierungen für die Stellen 3-7 des Elementbestimmungsverfahrens-Code:

Stelle	1	2	3	4	5	6	7
	Ionenselektive Direkt-Potentiometrie		Elektrode	Ver-fahren	Kal.-Ver-fahren	Temp.-Kompen-sation	Probenkon-ditionierung
	2	2					

2. Codierungstabellen für das Messverfahren ionenselektive Direktpotentiometrie:

a. Elektrode

Stelle	3
Code-Nr.	Elektrode
0	Festkörperelektrode
1	Glaselektrode
2	Matrixelektroden (Austauscherelektroden)
3	Gassensitive Elektrode
4	Metallelektrode
5	
6	
7	
8	
9	andere

b. Verfahren

Stelle	4
Code-Nr.	Verfahren
0	Batch
1	Cont. flow
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

c. Kalibrationsverfahren

Stelle	5
Code-Nr.	**Kalibrationsverfahren**
0	
1	Im linearen Bereich der Kennlinie 2-Punkte
2	Im linearen Bereich der Kennlinie mehr als 2-Punkte
3	Im nichtlinearen Bereich der Kennlinie 2-Punkte
4	Im nichtlinearen Bereich der Kennlinie mehr als 2-Punkte
5	Standardaddition
6	
7	
8	
9	andere

d. Temperaturkompensation

Stelle	6
Code-Nr.	**Temperaturkompensation**
0	keine
1	thermostatisiert
2	berechnet auf eine bestimmte Temperatur
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere

e.Probenkonditionierung

Stelle	7
Code-Nr.	**Probenkonditionierung**
0	keine
1	ISA Ionic Strenght Adjustor
2	TISAB Totol Ionic Strenght Adjustment Buffer
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	andere